

**Univerzita Karlova v Praze**  
**Farmaceutická fakulta v Hradci Králové**

# **RIGORÓZNÍ PRÁCE**

**2015**

**Mgr. Václava Lebedová**

**Univerzita Karlova v Praze**  
**Farmaceutická fakulta v Hradci Králové**  
**Katedra farmaceutické technologie**

# **RIGORÓZNÍ PRÁCE**

**Studium smykového chování  
velikostních frakcí sorbitolu**

**Study of shear behaviour  
of the sorbitol size fractions**

Autor: Mgr. Václava Lebedová  
Obor: Farmacie  
Konzultant: Doc. PharmDr. Zdeňka Šklubalová, Ph.D.

Hradec Králové

Říjen 2015

## **Prohlášení**

„Prohlašuji, že tato práce je mým původním autorským dílem. Veškerá literatura a další zdroje, z nichž jsem při zpracování čerpala, jsou uvedeny v seznamu použité literatury a v práci řádně citovány. Práce nebyla využita k získání jiného nebo stejného titulu.“

V Hradci Králové dne .....

.....  
Mgr. Václava Lebedová

## **Poděkování**

Velmi děkuji doc. PharmDr. Zdeňce Šklubalové, Ph.D. za odborné vedení při vypracovávání rigorózní práce, za cenné rady a připomínky při jejím zpracování. Dále bych ráda poděkovala Ing. Haně Hurychové za odbornou pomoc, cenné rady a ochotu. Také děkuji doc. Ing. Tomášovi Svěrákovi, CSc. za technickou pomoc při práci se smykovým přístrojem a doc. Ing. Jiřímu Šmídovi, CSc. za cenné odborné rady. Rovněž bych chtěla poděkovat své rodině a přátelům za podporu při psaní této rigorózní práce.

# Obsah

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>1</b> | <b>Abstrakt .....</b>  | <b>7</b>  |
| <b>2</b> | <b>Abstract.....</b>   | <b>8</b>  |
| <b>3</b> | <b>Zadání .....</b>  | <b>9</b>  |
| <b>4</b> | <b>Seznam symbolů a zkratek.....</b>                         | <b>10</b> |
| <b>5</b> | <b>Úvod .....</b>  | <b>12</b> |
| <b>6</b> | <b>Teoretická část .....</b>                                 | <b>13</b> |
| 6.1      | Význam hodnocení sypnosti ve farmaceutické technologii.....  | 13        |
| 6.2      | Metody hodnocení sypnosti .....                              | 14        |
| 6.2.1    | Sypný úhel .....   | 14        |
| 6.2.2    | Index stlačitelnosti a Hausnerův poměr.....                  | 15        |
| 6.2.3    | Vytékání otvorem .....                                       | 17        |
| 6.2.4    | Další metody měření tokových vlastností prášků.....          | 18        |
| 6.3      | Smyková cela .....   | 19        |
| 6.3.1    | Jenikeho smykový přístroj ( <i>Jenike shear cell</i> ) ..... | 20        |
| 6.3.1.1  | Princip smykové zkoušky .....                                | 21        |
| 6.3.1.2  | Faktory ovlivňující měření .....                             | 23        |
| 6.3.1.3  | Vyhodnocení.....   | 25        |
| 6.3.2    | Rotační smykový přístroj.....                                | 29        |
| <b>7</b> | <b>Experimentální část .....</b>                             | <b>31</b> |
| 7.1      | Použité suroviny.....  | 31        |
| 7.2      | Použité přístroje .....                                      | 31        |
| 7.3      | Použité metody.....  | 31        |
| 7.3.1    | Frakcionace látky .....                                      | 31        |
| 7.3.2    | Příprava Jenikeho smykového přístroje.....                   | 32        |
| 7.3.3    | Příprava vzorku.....   | 33        |
| 7.3.4    | Optimalizace postupu konsolidace .....                       | 34        |
| 7.3.5    | Smyková zkouška .....  | 34        |
| 7.3.6    | Vyhodnocení.....   | 37        |

|           |   |           |
|-----------|---|-----------|
| <b>8</b>  | <b>Výsledky .....</b>                     | <b>38</b> |
| <b>9</b>  | <b>Diskuse .....</b>                      | <b>59</b> |
| 9.1       | Příprava vzorku .....                     | 59        |
| 9.2       | Optimalizace konsolidace .....            | 60        |
| 9.3       | Smyková zkouška.....                      | 60        |
| 9.4       | Určení sypných charakteristik vzorků..... | 61        |
| <b>10</b> | <b>Závěry .....</b>                       | <b>64</b> |
| <b>11</b> | <b>Použitá literatura .....</b>           | <b>65</b> |

# 1 Abstrakt

Univerzita Karlova v Praze, Farmaceutická fakulta v Hradci Králové

Katedra: Farmaceutické technologie

Konzultant: Doc. PharmDr. Zdeňka Šklubalová, Ph.D.

Kandidát: Mgr. Václava Lebedová

Název rigorózní práce: Studium smykového chování velikostních frakcí sorbitolu

Pro hodnocení tokových vlastností farmaceutických prášků lze použít Jenikeho smykový přístroj. V této práci bylo hodnoceno smykové chování velikostních frakcí sorbitolu v rozmezí 100, 158, 245 a 346  $\mu\text{m}$ . Zjištěné hodnoty koheze  $\tau_c$  v rozsahu 0,03 – 0,16 kPa ukazují, že sorbitol je nekoherující, volně sypná látka. Tomu odpovídají také hodnoty tokové funkce  $ff_c$  vyšší než 10. Aktuální hodnoty tokové funkce  $ff_c$  byly ovlivněny středním rozměrem frakcí sorbitolu; se zvětšující se velikostí částic se hodnota tokové funkce  $ff_c$  zvyšuje.

## 2 Abstract

Charles University in Prague, Faculty of Pharmacy in Hradec Králové

Department of: Pharmaceutical Technology

Colsuntant: Doc. PharmDr. Zdeňka Šklubalová, Ph.D.

Candidate: Mgr. Václava Lebedová

Title of Thesis: Study of shear behaviour of the sorbitol size fractions

Jenike shear tester can be used to assess the flow properties of pharmaceutical powders. In this experimental work, the shear behavior of the fractions of sorbitol in the size range 100, 158, 245 and 346  $\mu\text{m}$  was studied. The obtained values of the cohesion  $\tau_c$  ranging from 0.03 to 0.16 kPa indicate sorbitol that it is a non-coherent, free-flowing substance. This also corresponds to the values of the flow function  $ff_c$  higher than 10. The actual values of the flow function  $ff_c$  were influenced by the mean size of the sorbitol fractions; the value of the flow function  $ff_c$  increases with increasing in the size of particles.



### 3 Zadání

Cílem teoretické části je zpracování literární rešerše pojednávající o hodnocení sypnosti práškových materiálů ve farmaceutické technologii. Detailněji jsou zpracovány části o smykovém testování.

Cílem experimentální práce je hodnocení sypných vlastností velikostních frakcí sorbitolu pro přímé lisování pomocí translačního smykového přístroje Jenike. Budou hodnoceny velikostní frakce sorbitolu v rozmezí 100 – 346  $\mu\text{m}$ . Z experimentálních výsledků bude vytvořena mezní křivka toku (*yield locus*, *YL*) a s využitím konstrukce Mohrových kružnic budou odečteny základní charakteristiky tokových vlastností studovaných frakcí sorbitolu, jako je soudržnost (*cohesion*), úhel vnitřního tření (*angle of internal friction*) efektivní úhel vnitřního tření (*effective angle of internal friction*), pevnost v tahu (*tensile strength*) a toková funkce (*flow function*).

## 4 Seznam symbolů a zkratek

|                  |                       |   |
|------------------|-----------------------|---|
| A                | (m <sup>2</sup> )     | plocha příčného řezu smykové cely                   |
| $\alpha$         | (°)                   | sypný úhel  |
| EYL              |                       | efektivní toková čára, (effective yield locus)      |
| ff <sub>c</sub>  |                       | toková funkce (flow function)                       |
| F <sub>A</sub>   | (N)                   | protisíla (Schulzův rotační smykový přístroj)       |
| F <sub>N</sub>   | (N)                   | normálová síla (Schulzův rotační smykový přístroj)  |
| F <sub>S</sub>   | (N)                   | smyková síla  |
| F <sub>V</sub>   | (N)                   | normálová síla                                      |
| F <sub>1,2</sub> | (N)                   | smyková síla (Schulzův rotační smykový přístroj)    |
| g                | (m·s <sup>-2</sup> )  | gravitační zrychlení (9,81 m·s <sup>-2</sup> )      |
| h                | (cm)                  | výška kužele  |
| H                | (m)                   | výška válce   |
| H <sub>b</sub>   | (mm)                  | výška smykové misky                                 |
| H <sub>m</sub>   | (mm)                  | výška formovacího kroužku                           |
| H <sub>r</sub>   | (mm)                  | výška smykového kroužku                             |
| m <sub>A</sub>   | (kg)                  | hmotnost smykové misky                              |
| m <sub>H</sub>   | (kg)                  | hmotnost závěsu                                     |
| m <sub>L</sub>   | (kg)                  | hmotnost smykového víka                             |
| m <sub>M</sub>   | (kg)                  | hmotnost vzorku ve smykové misce a smykovém kroužku |
| m <sub>R</sub>   | (kg)                  | hmotnost smykového kroužku                          |
| m <sub>S</sub>   | (kg)                  | hmotnost vzorku ve smykovém kroužku                 |
| m <sub>W</sub>   | (kg)                  | hmotnost závaží                                     |
| P                |                       | body předsmyku, (preshear)                          |
| $\pi$            |                       | Ludolfovo číslo (3,1416)                            |
| r                | (cm, m)               | poloměr   |
| $\rho$           | (kg·m <sup>-3</sup> ) | hustota   |
| $\rho_{se}$      | (kg·m <sup>-3</sup> ) | setřesná hustota                                    |
| $\rho_{sy}$      | (kg·m <sup>-3</sup> ) | sypná hustota                                       |

|                |                         |   |
|----------------|-------------------------|---|
| $S_{1,2,3,4}$  |                         | body smyku  |
| $\sigma$       | (kPa)                   | normálové napětí  |
| $\sigma_c$     | (kPa)                   | tlaková pevnost (unconfined yield strength)                           |
| $\sigma_{pre}$ | (kPa)                   | normálové napětí bodu předsmyku                                       |
| $\sigma_{sh}$  | (kPa)                   | normálové napětí smykového bodu                                       |
| $\sigma_t$     | (kPa)                   | pevnost v tahu (tensile strength)                                     |
| $\sigma_{tan}$ | (kPa)                   | bodu dotyku Mohrovy kružnice a mezní křivky kluzu                     |
| $\sigma_1$     | (kPa)                   | větší hlavní napětí   |
| $\sigma_2$     | (kPa)                   | menší hlavní napětí   |
| $t$            | (s)                     | konsolidační čas  |
| $\tau$         | (kPa)                   | smykové napětí  |
| $\tau_c$       | (kPa)                   | soudržnost (cohesion)   |
| $\tau_{pre}$   | (kPa)                   | smykové napětí bodu předsmyku   |
| $\tau_{sh}$    | (kPa)                   | smykové napětí smykového bodu   |
| $V$            | (m <sup>3</sup> )       | objem válce   |
| $V_0$          | (l)                     | sypaný objem  |
| $V_f$          | (l)                     | setřesný objem  |
| $\varphi_e$    | (°)                     | efektivní úhel vnitřního tření (effective angle of internal friction) |
| $\varphi_i$    | (°)                     | úhel vnitřního tření (angle of internal friction)                     |
| $w$            | (mm·min <sup>-1</sup> ) | úhlová rychlost   |
| YL             |                         | mezní křivka kluzu, (yield locus)                                     |

## 5 Úvod

Sypnost je důležitou vlastností práškových surovin pro jejich zpracování do pevných lékových forem (tablety, tobolky, perorální prášky, zásypy). Například u tablet vyráběných na tabletovačkách, kde se matrice tabletovacích lisů plní objemově, tok prášku do matic často charakterizuje výsledné vlastnosti tablet, tj. hmotnost, pevnost, obsahovou stejnoměrnost.

Český lékopis uvádí čtyři metody zkoušení toku prášku - sypný úhel, index stlačitelnosti nebo Hausnerův poměr, rychlost vytékání otvorem a smykovou celu.

Využitím metody smykové cely lze získat důležité smykové parametry práškového materiálu, tj. úhel vnitřního tření, efektivní úhel vnitřního tření, soudržnost, tokové funkce. Jenikeho translační smykový přístroj a Schulzův rotační smykový přístroj jsou dva nejčastěji využívané smykové přístroje.

U Jenikeho translačního smykového přístroje při měření dochází k horizontálnímu posunu smykového kroužku po smykové cele. U Schulzova rotačního smykového přístroje je smyková cela ve tvaru prstence, má neomezeně dlouhou smykovou dráhu.

## 6 Teoretická část

### 6.1 Význam hodnocení sypnosti ve farmaceutické technologii

Tokové chování prášku je ovlivňováno vlastnostmi jeho částic, jako je tvar, povrch, velikost<sup>1</sup>, polymorfie krystalů, hustota, pórovitost, obsah vody. Větší částice do jisté míry zlepšují svou tekutost, naopak velké množství jemných částic v materiálu tekutost zhoršuje. Podobně také pravidelný tvar a hladký povrch zlepšují tokové vlastnosti, optimální je sférický tvar částic. Nevhodný je tvar vláknitý, kdy částice do sebe mohou zapadat. Další faktor ovlivňující tokové vlastnosti je vlhkost, čím větší je obsah vlhkosti, tím horší je tekutost materiálu.<sup>2,3</sup>

Zatímco v technice jsou sypné vlastnosti studovány především z pohledu konstrukce vhodných zařízení pro skladování (např. síla, zásobníky), dopravu (dopravníky) a manipulaci (tvar a velikost násypky a jejich otvorů), ve farmaceutické technologii jsou tokové vlastnosti směsí studovány především z hlediska plynulosti výroby a řešení problémového chování směsí sypkých hmot. Při výrobě pevných lékových forem je pak sypnost ovlivňována (zlepšována) především volbou vhodné velikosti částic (např. jejich zvětšením granulací), využitím pevných nosičů (adsorpce velmi malých částic na větší částice plniva) nebo přidáním kluzných látek.

Kluzné látky jsou pomocné látky, které se ve fázi přípravy tabletované směsi adsorbují na povrchu zrněného prášku nebo částic pomocných nebo léčivých látek.<sup>4</sup> Mezi nejčastěji používané kluzné látky ve farmaceutické technologii patří stearan hořečnatý, mastek, koloidní oxid křemičitý, stearyl fumarát sodný, a další.<sup>2, 4</sup>

## 6.2 Metody hodnocení sypnosti

Pro zkoušení tokových vlastností prášků jsou ve farmacii většinou uváděny čtyři metody – sypný úhel, index stlačitelnosti nebo Hausnerův poměr, rychlost vytékání otvorem a smyková cela.<sup>5</sup>

### 6.2.1 Sypný úhel

Sypný úhel  $\alpha$  (= úhel přirozené sklonitosti<sup>2</sup>) je konstantní prostorový úhel kužele vztažený k vodorovné základně, který se předpokládá, že vznikne nasypáním materiálu. Je ovlivněn třením částic prášku mezi sebou nebo odporem pohybu částic mezi sebou.<sup>5</sup>

Sypný úhel  $\alpha$  se vypočítá podle vzorce:

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{h}{r} \quad (1)$$

$h$  = výška kužele

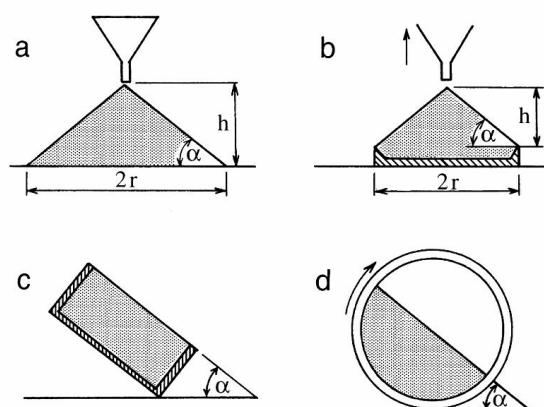
$r$  = poloměr kužel

Pro měření sypného úhlu existuje několik různých metod nasypání materiálu.<sup>6</sup>

Nejběžnější metodou je nasypání prášku z nálevky na rovnou podložku. Při této metodě měření může být nálevka s podložkou ve statické poloze nebo se nálevka vzdaluje od podložky v závislosti na tom, jak se tvoří kužel materiálu. Druhé uspořádání je považováno za vhodnější, neboť umožňuje pomalé vrstvení materiálu. Další obměna této metody závisí na tom, zda je kužel materiálu tvořen na volné podložce či na podložce s okrajem (Obr. 1a, 1b).

Variantou měření sypného úhlu je stanovení sypného úhlu z nádoby tvaru hranolu nebo válce (Obr. 1c). Postupným nakláněním hranolovité nádoby se část prášku odsype po překročení kluzného úhlu.<sup>6</sup>

Stanovení dynamického úhlu v rotujícím otočném válci (viz dále v kap. 6.2.4) ilustruje Obr. 1d.



Obr. 1: Metody měření sypného úhlu<sup>7</sup>

- a) kužel nasypáný na volnou podložku      b) kužel nasypáný na podložku s okrajem  
c) stanovení v hranolovité nádobě      d) stanovení v otočném válci

Český lékopis kvalitativně hodnotí míru tekutosti prášků v závislosti na naměřeném sypném úhlu s využitím klasifikace podle Carra, viz Tab. 1:

Tab. 1: Tokové vlastnosti a odpovídající sypný úhel.<sup>5</sup>

| Toková vlastnost                | Sypný úhel (°) |
|---------------------------------|----------------|
| výborná                         | 25 – 30        |
| dobrá                           | 31 – 35        |
| přiměřená (není nutná pomoc)    | 36 – 40        |
| průměrná (může se zdržovat)     | 41 – 45        |
| špatná (nutné třepání, vibrace) | 46 – 55        |
| velmi špatná                    | 55 – 65        |
| velmi, velmi špatná             | >66            |

## 6.2.2 Index stlačitelnosti a Hausnerův poměr

Jednou za základních charakteristik sypkých hmot je jejich hustota. Hustota prášku se určí jako poměr hmotnosti a objemu prášku. Určit hmotnost prášku lze jednoznačně, jiné to je s objemem. Objem prášku se liší, jde-li o objem samostatných

částic nebo o objem, který zahrnuje interpartikulární a intarpartikulární volné prostory vyplněné vzduchem. Podle toho rozlišujeme sypnou hustotu, setřesnou hustotu, zdánlivou a skutečnou (pravou) hustotu prášku.<sup>2</sup>

Zdánlivá a skutečná hustota popisují jednotlivé částice, ne prášek jako celek. Zdánlivá hustota je založena na měření objemu pevné látky, do kterého ve rtuťovém pyknometru nepronikne rtuť. Rtuť vyplní interpartikulární prostory mezi částicemi, nepronikne ale do prostorů intrapartikulárních. Skutečná hustota vychází z objemu bez interpartikulárních i intrapartikulárních prostorů.<sup>2</sup>

Sypná hustota prášku se stanovuje měřením objemu prášku o známé hmotnosti, který je prosát sítím do odměrného válce. Je ovlivněna prostorovým uspořádáním částic. Setřesná hustota se získává mechanickým sklepáváním nádoby naplněné práškem, např. odměrného válce.<sup>5</sup>

Ze sypného a setřesného objemu, respektive sypné a setřesné hustoty prášku se stanovují Index stlačitelnosti a Hausnerův poměr. Vypočítají se následujícím způsobem.

$$\text{Index stlačitelnosti} = \frac{V_0 - V_f}{V_0} \times 100 \quad (2)$$

$$\text{Hausnerův poměr} = \frac{V_0}{V_f} \quad (3)$$

$V_0$  = sypný objem prášku

$V_f$  = setřesný objem prášku

Nebo analogicky:

$$\text{Index stlačitelnosti} = \frac{\rho_{se} - \rho_{sy}}{\rho_{se}} \times 100 \quad (4)$$

$$\text{Hausnerův poměr} = \frac{\rho_{se}}{\rho_{sy}} \quad (5)$$

$\rho_{se}$  = setřesná hustota

$\rho_{sy}$  = sypná hustota



Tab. 2: Stupnice toku prášku.<sup>5</sup>

| Index stlačitelnosti (%) | Charakter toku      | Hausnerův poměr |
|--------------------------|---------------------|-----------------|
| 1 – 10                   | výborný             | 1,00 – 1,11     |
| 11 – 15                  | dobrý               | 1,12 – 1,18     |
| 16 – 20                  | přiměřený           | 1,19 – 1,25     |
| 21 – 25                  | průměrný            | 1,26 – 1,34     |
| 26 – 31                  | špatný              | 1,35 – 1,45     |
| 32 – 37                  | velmi špatný        | 1,46 – 1,59     |
| >38                      | velmi, velmi špatný | >1,59           |

### 6.2.3 Vytékání otvorem

Metoda měření tokových vlastností prášků vytékání otvorem se používá pro volně tekoucí materiály, není vhodná pro materiály kohezní. Při této metodě se doporučuje nepřetržité sledování toku materiálu, protože jsou zde přítomna pulzující proudová pole.<sup>5</sup> Rychlost vytékání otvorem se určuje jako hmotnost prášku, který vyteče za určitý čas, nebo čas potřebný k vytečení určitého množství prášku. Při měření vytékání otvorem se může měřit průtok hmoty (hmotnostní rychlost sypání v  $\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$ ) nebo se měří průtok objemu prášku (objemová rychlost sypání v  $\text{ml}\cdot\text{s}^{-1}$ ).

Rychlost měření hmotnosti prášku vytečeného za určitý čas se může měřit průběžně pomocí elektronických vah se zapisovačem, může se měřit i u samostatných vzorků. Zásobník, ze kterého prášek vytéká, může být různého tvaru (válcový, hranolový, kónický) vyrobený z kovu, skla či plastu. Průměr násypky a průměr a tvar otvoru jsou důležitými parametry, které mohou ovlivnit průběh měření. Násypka by měla mít průměr větší než dvojnásobek průměru otvoru.<sup>5</sup>

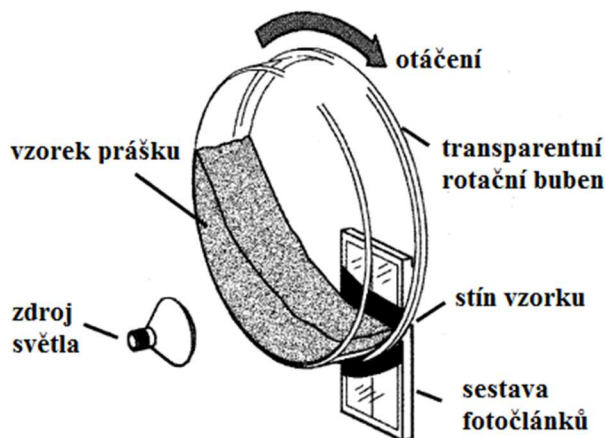
## 6.2.4 Další metody měření tokových vlastností prášků

Mezi novější metody, které charakterizují tok prášku, patří stanovení kohezivitu nebo sypnosti metodou studia lavinového chování – tzv. avalanching, úhlu vysypání (odtokový úhel, drained angle) a penetrometrie.<sup>8</sup>

Stanovení kohezivitu (či naopak sypnosti) metodou "avalanching" neboli lavinového chování je závislé na vlastnostech materiálu. Tato metoda se používá pro soudržné prášky. Existují dva odlišné typy lavin. První se vyskytuje u materiálů, u nichž jsou soudržné síly mezi částicemi malé ve srovnání s hmotností jednotlivých částic. Druhý typ lavin se vyskytuje u materiálů, kde jsou soudržné síly velmi významné.<sup>9</sup>

Pro kvantitativní měření průtokových charakteristik kohezivních prášků v rotačním bubnu byl vyvinut speciální reometr (gravitational displacement rheometer GDR), tvořený válcem, který je spolu s pohonným mechanismem připevněn na rám. Válec má uvnitř kaskádovitý profil a otáčí se určenou rychlostí. Prášek, který je v něm umístěn, se pohybuje po stupňovitém povrchu dolů. Tento pohyb má vliv na změnu těžiště prášku uvnitř válce a tak může být měřena síla, kterou udává zatížení cely. U této metody je důležité nastavení času a rychlosti otáčení. Velikost a četnost přepadů (lavin) je použita pro charakterizaci soudržnosti prášku.<sup>10, 11</sup>

Nejběžnějším příkladem využití metody avalanching v praxi je komerční přístroj Aeroflow® device (TSI, St. Paul, MN) schematicky zobrazený na Obr. 2. Skládá se z pomalu rotujícího průhledného bubnu a optického senzoru pro snímání lavin.<sup>12</sup>



Obr. 2: Schéma přístroje Aeroflow® device (TSI, St. Paul, MN)<sup>12</sup>

U nekonsolidovaných volně sypných práškových pomocných látek byla k odhadu rychlosti sypání využita také penetrometrie kuličkou. Byla zjištěna korelace mezi penetračním tlakem určeným z hloubky penetrace (v analogii k indentačním testům podle Brinella) a rychlostí sypání. Rychlost sypání byla nepřímo úměrná tomuto tlaku.<sup>13</sup> V analogii Archimedova zákona lze z hmotnosti prášku (násobek objemu a hustoty), který zaujímá otisk kuličky ve vrstvě prášku, vyjádřit tzv. hmotnost indentace. Byla zjištěna významná korelace mezi hmotnostní rychlostí sypání a touto hmotností indentace.<sup>14</sup>

Pro hodnocení sypnosti volně sypných, nekonsolidovaných prášků byl také navržen úhel vysypání (drained angle), který byl určen nepřímo z hmotnosti zbytku prášku po vyprázdnění válcové testovací násypky. Byla zjištěna významná negativní korelace mezi úhlem vysypání práškových materiálů a hmotnostní i objemovou rychlostí sypání otvorem násypky. Určení úhlu vysypání je užitečné také pro stanovení úhlu sklonu kónické násypky k dosažení kompletního vysypání materiálu z násypky.<sup>15</sup>

Všechny výše zmíněné metody umožňují studovat sypné chování partikulárních materiálů ve farmacii, pro širší uplatnění je však potřeba dalších studií.

### **6.3 Smyková cela**

K posouzení tokových vlastností práškových materiálů se využívá také smyková cela. Smykovou celu si můžeme představit jako nádobu, která je vodorovně rozdělena na spodní nepohyblivou část (základna) a horní pohyblivý prstenec. Tyto dvě části se vůči sobě vzájemně posouvají horizontálním směrem. Na celu naplněnou vzorkem sypké látky působí vertikální normálové napětí  $\sigma$ . Měří se síla potřebná k posunu vrchního pohyblivého prstence s práškem po rovině kluzu určené vrstvou konsolidovaného prášku.<sup>5</sup>

Tato metoda je poměrně časově náročná, je potřeba velké množství materiálu a dobře vyškoleného pracovníka.<sup>5</sup> Použitím metody smykové cely lze získat různé parametry práškového materiálu, tj. meze průtažnosti, úhel vnitřního tření, efektivní úhel vnitřního tření, soudržnost, pevnost v tahu a další.

Mezi dva nejčastěji využívané smykové přístroje patří Jenikeho translační smykový přístroj a Schulzův rotační smykový přístroj. Z novějších přístrojů lze zmínit také Freemanův práškový reometr.<sup>16</sup>

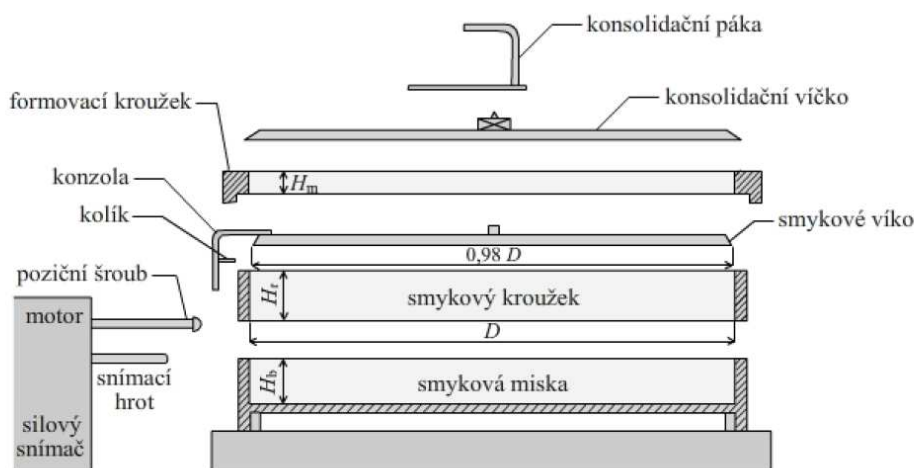
### 6.3.1 Jenikeho smykový přístroj (*Jenike shear cell*)

Tento smykový přístroj řadíme mezi translační smykové přístroje, jelikož při měření dochází k horizontálnímu posunu smykového kroužku po smykové cele.

Jenikeho smykový přístroj se skládá ze smykové cely, silového snímače, zesilovače, zapisovače, z motoru, který pohání snímací hrot, z konsolidační páky, ze závaží a závěsu.

Hlavní součástí je smyková cela, která se skládá ze smykové misky, smykového kroužku, smykového víčka, formovacího kroužku a formovacího víčka, viz Obr. 3.

Silový snímač by měl být schopný přenést sílu do 500 N. Signál ze silového snímače je zesílen v zesilovači a zobrazen zapisovačem. Motor pohání snímací hrot konstantní rychlostí v rozsahu 1 – 4 mm/min. Aby nedocházelo k vibracím, měl by být Jenikeho smykový přístroj umístěn na antivibračním podstavci.<sup>17</sup>



Obr. 3: Jenikeho smyková cela<sup>17</sup>

Tab. 3: Standardní rozměry Jenikeho smykové cely <sup>17</sup>

|                                      | JENIKE<br>Standard<br>[mm] | JENIKE<br>Malá velikost<br>[mm] | Standardní velikost<br>[mm] |
|--------------------------------------|----------------------------|---------------------------------|-----------------------------|
| Průměr                               | 95,250                     | 63,500                          | 95                          |
| H <sub>b</sub> (výška smyk. misky)   | 12,700                     | 9,525                           | 13                          |
| H <sub>r</sub> (výška smyk. kroužku) | 15,875                     | 11,113                          | 16                          |
| H <sub>m</sub> (výška form. kroužku) | 9,525                      | 7,938                           | 10                          |
| Materiál                             | Ocel nebo hliník           | Hliník                          | Ocel nebo hliník            |

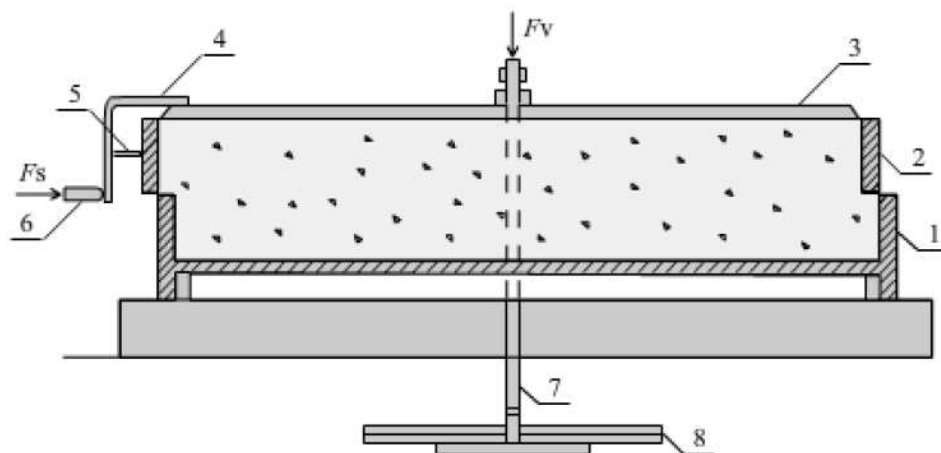
První dva sloupce tabulky uvádějí rozměry zařízení dodávaného firmou Jenike & Johanson. Lze použít cely různých velikostí, ale je důležité, aby byly dodrženy poměry jednotlivých rozměrů. Tyto rozměry jsou kritické. Ve třetím sloupci jsou uvedeny zjednodušené rozměry smykové cely.

### 6.3.1.1 Princip smykové zkoušky

Před smykovou zkouškou je smykový kroužek položen do excentrické polohy a smykové víko je zatíženo vertikální silou, tzv. normálovou silou  $F_v$ , která je vyvozena kombinací hmotností:

- závaží ( $m_w$ )
- závěsu ( $m_H$ )
- smykového víka ( $m_L$ )
- smykového kroužku ( $m_R$ )
- materiálu ve smykovém kroužku nad rovinou smyku ( $m_s$ ).

Horizontální smyková síla  $F_s$  působí na konzolu přes snímací hrot. Ten je posouván vpřed konstantní rychlostí přibližně 1 – 4 mm/min. Smyková síla působí na snímací hrot přes silový snímač, který měří její velikost. Smykový kroužek se během průběhu smykové zkoušky pohybuje z původní excentrické polohy do opačné excentrické polohy. Takto může smykový kroužek urazit maximální vzdálenost, která odpovídá součtu tloušťky stěny smykové misky a smykového kroužku, tj. cca 6 mm. <sup>17, 18</sup>



- |                     |                  |
|---------------------|------------------|
| 1 – Smyková miska   | 5 – Kolík        |
| 2 – Smykový kroužek | 6 – Snímací hrot |
| 3 – Smykové víko    | 7 – Závěs        |
| 4 – Konzola         | 8 – Závaží       |

Obr. 4: Smyková cela Jenikeho smykového přístroje v počáteční pozici <sup>17</sup>

Při měření je důležité, aby smyková síla snímacího hrotu působila na konzolu ve smykové rovině, což je rovina mezi smykovou miskou a smykovým kroužkem.

Smyková zkouška probíhá ve dvou fázích.

V prvním kroku je nutné připravit materiál. Materiál se naplní do měřicí cely a následně se vzorek konsoliduje za pomoci optimálního vertikálního zatížení a optimálního počtu twistů (pomocí konsolidační - twistovací páky – viz Obr. 3). Konsolidovaný vzorek se následně podrobí smyku s cílem dosažení hodnoty tzv. předsmyku (preshear) vzorku.

Ve druhé části měření (vlastní smyková zkouška) se měří aktuální hodnoty smykového napětí  $\tau$  (Pa) pro danou zvolenou velikost normálového napětí  $\sigma$  (Pa). <sup>19, 20</sup>

Jenikeho smykový přístroj je limitován smykovou dráhou 6 mm. Na této dráze musí dojít k dosažení ustáleného stavu toku a realizaci samostatné smykové zkoušky. Pro dosažení ustáleného stavu toku na takto krátké vzdálenosti musí být vzorek už

před smykovým testem ve stavu, který je blízký kritické konsolidaci. Proto je třeba před vlastním měřením provést proces konsolidace, který se skládá ze zatížení vzorku, z twistování a předsmyku.<sup>17</sup>

Smykové cely mohou mít odlišné průměry, proto je vhodnější nahradit síly napětími. Normálová síla  $F_V$  je přepočtena na normálové napětí  $\sigma$  (Pa) podle vztahu:

$$\sigma = \frac{F_V}{A} = \frac{(m_S + m_R + m_L + m_H + m_W) \cdot g}{A} \quad (6)$$

kde  $m_S$  je hmotnost vzorku ve smykovém kroužku,  $m_R$  je hmotnost smykového kroužku,  $m_L$  je hmotnost smykového víčka,  $m_H$  je hmotnost závěsu,  $m_W$  je hmotnost závaží (kg),  $g$  je gravitační zrychlení ( $9,81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ ),  $A$  je plocha příčného řezu smykové cely ( $\text{m}^2$ ).

Smyková síla  $F_S$  (N) je přepočtena na smykové napětí  $\tau$  (Pa) následovně:

$$\tau = \frac{F_S}{A} \quad (7)$$

kde  $A$  je plocha příčného řezu smykové cely ( $\text{m}^2$ ), určená pro kruhový průřez následovně podle vztahu:

$$A = \pi \cdot r^2 \quad (8)$$

$\pi$  je Ludolfovo číslo (3,1416),  $r$  je poloměr smykové cely (m).

Výsledky smykové zkoušky jsou následně zakresleny do grafu závislosti mezi normálovým a smykovým napětím  $\sigma$  a  $\tau$ .<sup>17</sup>

### 6.3.1.2 Faktory ovlivňující měření

Mezi faktory, které ovlivňují průběh a výsledky měření, patří vlastnosti částic měřeného vzorku, použitá zátěž při měření, počet twistů a průběh twistování, rychlost posunu smykového kroužku po smykové misce.

Pro získání věrohodných výsledků je důležité vybrat reprezentativní vzorek materiálu a mít ho dostatečné množství. Tekutost měřeného prášku často významně závisí na jeho vlhkosti. Aby se zabránilo kolísání vlhkosti a tím ovlivnění vlastností prášku, je třeba vzorky během testování skladovat v hermeticky uzavřených obalech. Teplota má také vliv na tokové vlastnosti materiálu, proto by měla být při měření stabilní.<sup>17</sup>

Lze říci, že vysoký obsah vlhkosti a malá velikost částic zvyšují kohezivitu materiálu.<sup>21</sup>

Měření ovlivňuje normálové napětí dané použitou zátěží. První normálové napětí se doporučuje vybrat podle hustoty měřeného materiálu dle této tabulky:

Tab. 4: Výběr normálového napětí.<sup>17</sup>

| $\rho \text{ (kg}\cdot\text{m}^{-3}\text{)}$ | $\sigma \text{ (kPa)}$ |
|--|------------------------|
| < 300  | $\approx 1,5$          |
| 300 – 800                                    | $\approx 2,0$          |
| 800 – 1600                                   | $\approx 2,5$          |
| 1600 – 2400                                  | $\approx 3,0$          |
| 2400 >                                       | $\approx 4,0$          |

Měřený materiál musí být správně konsolidovaný, nesmí být překonsolidovaný ani podkonsolidovaný.

Průběh měření a stupeň konsolidace ovlivňuje také způsob twistování. Zvolený počet twistů pro jednotlivé materiály musí být optimální. Nastavuje se empiricky. Na začátku měření se obvykle provede 20 twistovacích cyklů. Dle zaznamenaného průběhu měření se posoudí vzorek. Je-li podkonsolidován, zvýší se počet twistů při přípravě vzorku až na 50. Naopak, je-li překonsolidován, ubírá se počet twistů až na cca 5. Jestliže smykový přístroj není vybavený automatickým konsolidačním zařízením, provádí se twistování ručně pomocí speciálního zařízení (konsolidační páka, klíč na matice). Twistování musí být prováděno pomalu a plynule, bez trhání a s frekvencí asi jeden cyklus za sekundu. Použití automatického konsolidačního zařízení k twistování eliminuje výskyt mimoosových nebo přídavných sil během twistování, čímž zvyšuje přesnost měření.<sup>17, 22</sup>



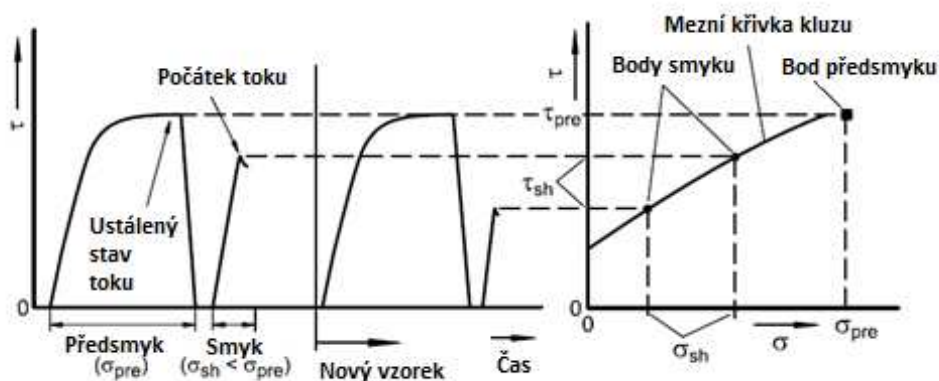
### 6.3.1.3 Vyhodnocení

#### Určení platných smykových bodů

Platné smykové body se určí z grafu závislosti smykového napětí k normálovému napětí – graf  $\tau, \sigma$ . Do tohoto grafu se vynese bod předsmyku  $P$  a body smyku  $S$ , které jsou získány z průměrných naměřených hodnot smykového napětí.

Sestrojí se mezní křivka kluzu (*yield locus, YL*) tak, že se proloží přímka body smyku  $S$ . Pokud tato přímka prochází nad nebo přes bod předsmyku  $P$ , lze ji použít pro výpočet. Stane-li se však, že bod  $P$  leží nad přímkou, musí být obvykle měření opakováno nebo je přímka překreslena tak, aby procházela bodem  $P$  a zároveň body  $S$ .<sup>17</sup>

Konstrukce mezní křivky kluzu je popsána na Obr. 4.

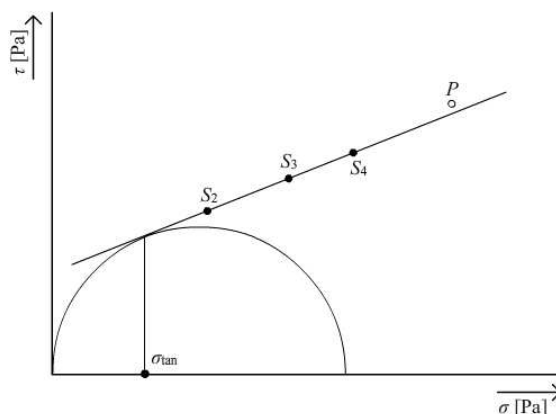


Obr. 4: Konstrukce mezní křivky kluzu (*yield locus, YL*).<sup>23</sup>

#### Vyhodnocení dat

Pro určení platných smykových bodů a zpracování výsledků se používá konstrukce Mohrových kružnic.

Sestrojí se Mohrova kružnice tak, aby procházela počátkem a byla tečná k dané přímce. Stanoví se souřadnice  $\sigma_{tan}$  bodu dotyku Mohrovy kružnice a přímky. Pouze body  $S$ , které leží napravo od  $\sigma_{tan}$ , jsou považovány za platné.<sup>17</sup>



Obr. 5: Určení platných smykových bodů.<sup>17</sup>

Pro vyhodnocení výsledků smykového testu a zjištění charakteristik materiálu je nutné zjistit potřebné hodnoty z grafu  $\sigma - \tau$ . K vyhodnocení závislosti je třeba sestavit Mohrovy kružnice, jak je ilustrováno na Obr. 6.

První (větší) kružnice prochází bodem předsmyku  $P$  a dotýká se mezní křivky kluzu. Průsečík kružnice s osou  $\sigma$  udává **hlavní normálové napětí**, přičemž větší hlavní napětí je označováno  $\sigma_1$  (nachází se vpravo), menší hlavní napětí  $\sigma_2$  (vlevo). Tyto veličiny charakterizují vzorek.

Druhá (menší) kružnice vychází z počátku a rovněž se dotýká mezní křivky kluzu. Průsečík této kružnice s osou  $\sigma$  dává hodnotu  $\sigma_c$  (*unconfined yield strength*), která charakterizuje **tlakovou pevnost**.<sup>17, 20, 21, 23</sup>

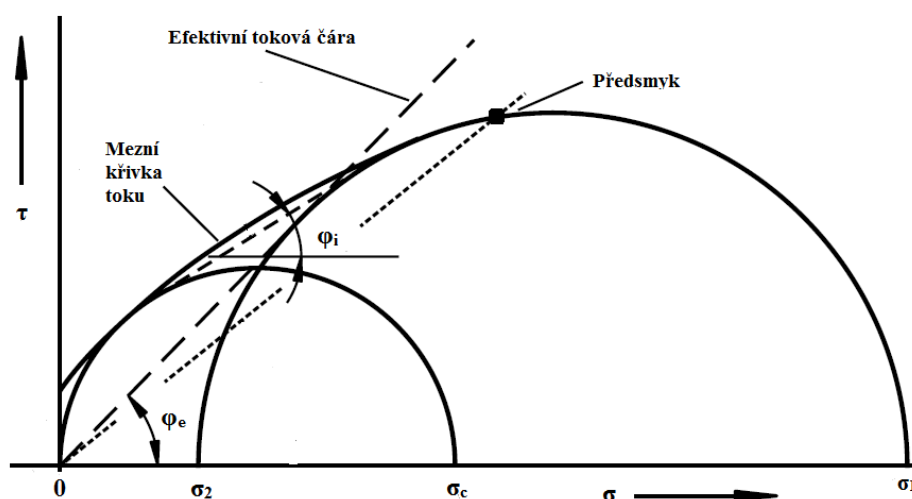
Úhel, který svírá mezní křivka kluzu s osou  $\sigma$ , se označuje jako **úhel vnitřního tření**  $\varphi_i$  (*angle of internal friction*).<sup>20</sup>

Přímka (efektivní toková čára, *effective yield locus*, EYL), vedená z počátku diagramu  $\sigma - \tau$ , tečná k větší Mohrově kružnici, uzavírá s osou  $\sigma$  úhel, který určuje **efektivní úhel vnitřního tření**  $\varphi_e$  (*effective angle of internal friction*). Vzhledem k tomu, že největší Mohrova kružnice popisuje ustálený stav toku, můžeme efektivní úhel vnitřního tření  $\varphi_e$  považovat za ukazatel míry vnitřního tření v rovnovážném stavu toku. Tento pojem definoval Jenike.<sup>20</sup>

Efektivní úhel vnitřního tření  $\varphi_e$  udává poměr menšího hlavního napětí  $\sigma_2$  k většímu hlavnímu napětí  $\sigma_1$  v ustáleném stavu toku.<sup>23</sup> Umožňuje vyhodnotit sypné chování látek ve vztahu k zařízení, např. tvar násypky a velikost výpustného otvoru.

$$\sin \varphi_e = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{\sigma_1 + \sigma_2} \quad (9)$$

$$\frac{\sigma_2}{\sigma_1} = \frac{1 - \sin \varphi_e}{1 + \sin \varphi_e} \quad (10)$$



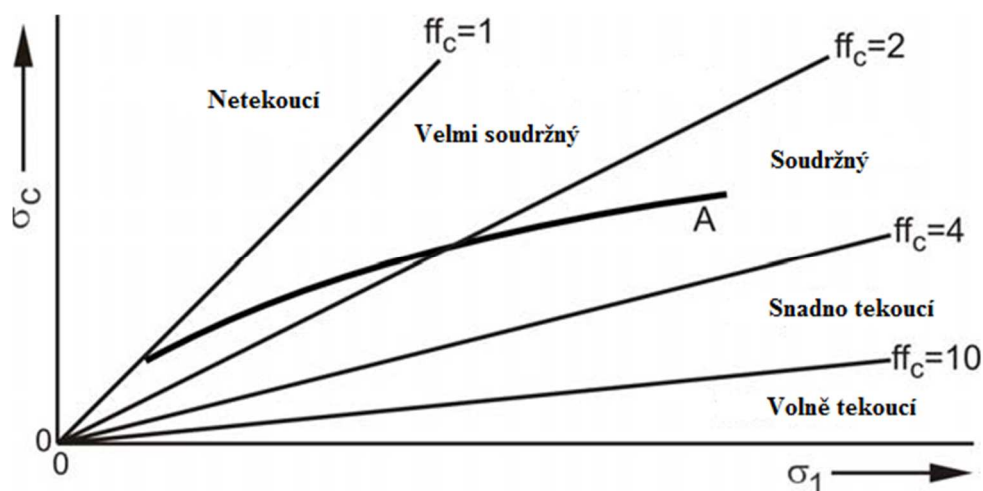
Obr. 6: Mohrovy kružnice, úhel vnitřního tření  $\varphi_i$  a efektivní úhel vnitřního tření  $\varphi_e$ , mezní křivka toku a efektivní toková čára.<sup>20</sup>

Sypnost materiálu je numericky charakterizována veličinou **tokové funkce**  $ff_c$  (*flow function*), která je dána poměrem většího hlavního napětí  $\sigma_1$  a tlakové pevnosti  $\sigma_c$  (*unconfined yield strength*).<sup>20, 21</sup>

$$ff_c = \frac{\sigma_1}{\sigma_c} \quad (11)$$

Čím větší je hodnota  $ff_c$ , tím je materiál více tekoucí. Podle tohoto poměru lze definovat sypnost materiálu takto:

|                 |   |
|-----------------|---|
| $ff_c < 1$      | netekoucí materiál (not flowing)        |
| $1 < ff_c < 2$  | velmi soudržný materiál (very cohesive) |
| $2 < ff_c < 4$  | soudržný materiál (cohesive)            |
| $4 < ff_c < 10$ | snadno tekoucí materiál (easy-flowing)  |
| $10 < ff_c$     | volně tekoucí materiál (free-flowing)   |



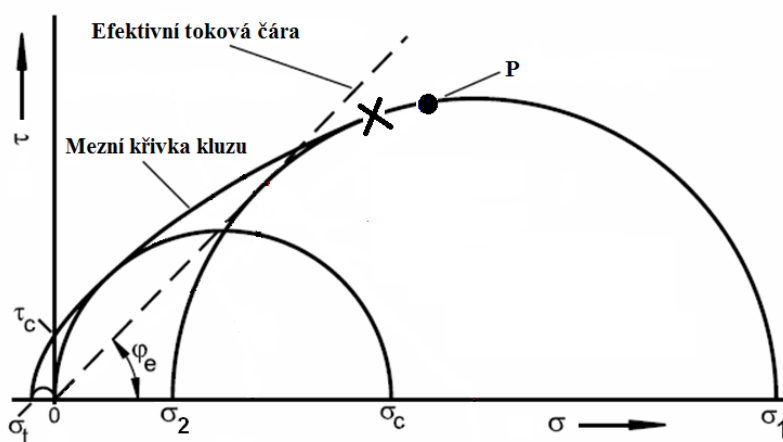
Obr. 7: Sypnost materiálu vyjádřena poměrem  $\sigma_1/\sigma_c$ , křivka A – toková funkce  $\sigma_c(\sigma_1)$  partikulárního materiálu A.<sup>20</sup>

Z mezní křivky kluzu lze určit další dvě veličiny – **soudržnost**  $\tau_c$  (*cohesion*) a **pevnost v tahu**  $\sigma_t$  (*tensile strength*).

Soudržnost  $\tau_c$  (koheze) je hodnota smykového napětí, kde mezní křivka kluzu protíná osu  $\tau$ , tedy při normálovém napětí  $\sigma = 0$ . Soudržnost  $\tau_c$  a tlaková pevnost  $\sigma_c$  (*unconfined yield strength*) jsou na sobě závislé.

Pevnost v tahu  $\sigma_t$  je normálové napětí na levém konci mezní křivky kluzu v záporných hodnotách.

Přestože jsou soudržnost  $\tau_c$  i pevnost v tahu  $\sigma_t$  dobře definované veličiny, je obtížné je měřit u volně sypných materiálů.<sup>23</sup>



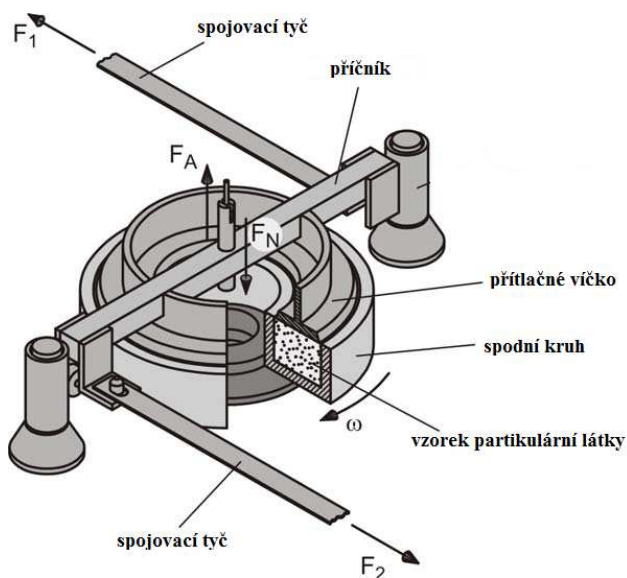
Obr. 8: Určení základních charakteristik materiálu pomocí Mohrových kružnic<sup>23</sup>

### 6.3.2 Rotační smykový přístroj

Rotační smykový přístroj byl poprvé použit pro měření zemin. Zásadní výhodou rotačního smykového přístroje je neomezeně dlouhá smyková dráha, na rozdíl od Jenikeho smykového přístroje, který je limitován právě délkou dráhy.<sup>24</sup>



Obr. 9: Rotační smykový přístroj Schulze<sup>24</sup>



Obr. 10: Detail měřící cely rotačního smykového přístroje.<sup>23</sup>

Obr. 10 ukazuje detail měřící cely rotačního smykového přístroje. Smyková cela prstencového tvaru je naplněna vzorkem partikulární látky, je tvořena spodním

kruhem a přitlačným víčkem. Závaží je zavěšeno na závěsu na víčku a společně vytváří volitelnou normálovou sílu  $F_N$ . Motor pohání spodní kruh smykové cely v rotačním pohybu ve směru naznačeném na Obr. 10 konstantní rychlostí  $w$  (úhlová rychlost). Spojovací tyče udržují přitlačné víčko ve své pozici, čímž se mezi vzorkem a víčkem vytváří smyková síla, která je pomocí příčnicku přenášena jako síla  $F_1$  a  $F_2$  k siloměrům, kde je zaznamenávána. Hmotnost víka, závěsu a spojovacích tyčí je kompenzována protiváhou  $F_A$ , která působí směrem vzhůru na příčnick.<sup>20, 23, 24</sup>

Dno smykové cely a spodní strana přitlačného víčka jsou drsné, aby se zabránilo sypkému materiálu uvnitř cely v klouzání po vnitřních plochách cely.

Postup měření na rotačním smykovém přístroji je velmi podobný postupu u Jenikeho smykového přístroje. Měření na rotačním smykovém přístroji má však několik výhod. U rotačního smykového přístroje může být použito menší napětí, je časově méně náročné a jednodušší na obsluhu stroje, není třeba provádět twistování, je zde pouze omezený vliv operátora. To vede k dobré reprodukovatelnosti v porovnání s jinými testovacími přístroji.<sup>20, 23</sup>

## **7 Experimentální část**

### **7.1 Použité suroviny**

Sorbitol (Merisorb® 200 Pharma, Tereos Syral SAS Nesle, France)

### **7.2 Použité přístroje**

Jenikeho smykový přístroj (VUT, Brno)

Laboratorní váhy ACCULAB ATILON ATL-4202-I, (SARTORIUS, Německo)

Vibratory Sieve Shaker AS 200 basic (RETSCH, Německo)

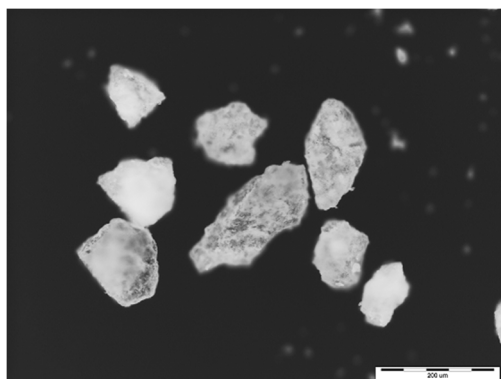
### **7.3 Použité metody**

Všechna měření byla realizována za stabilních laboratorních podmínek při teplotě 21 – 22°C a relativní vlhkosti vzduchu  $30 \pm 1$  %.

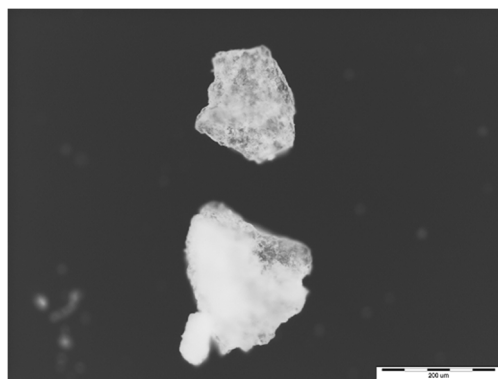
#### **7.3.1 Frakcionace látky**

Velikostní frakce byly získány na vibračním síti za pomoci sít 80, 125, 200, 300 a 400  $\mu\text{m}$  při amplitudě kmitání 30.

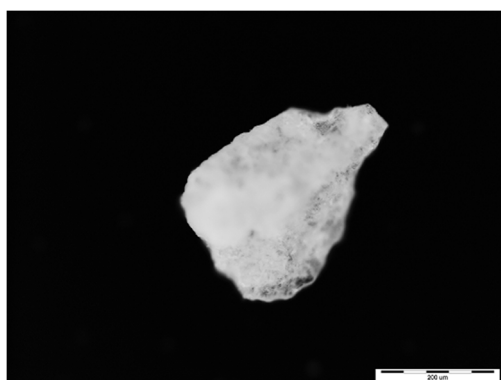
Získané velikostní frakce 80-125, 125-200, 200-300, 300-400  $\mu\text{m}$  jsem označila střední velikostí částic  $x$  ( $\mu\text{m}$ ), určenou jako geometrický průměr použitého rozmezí sít.



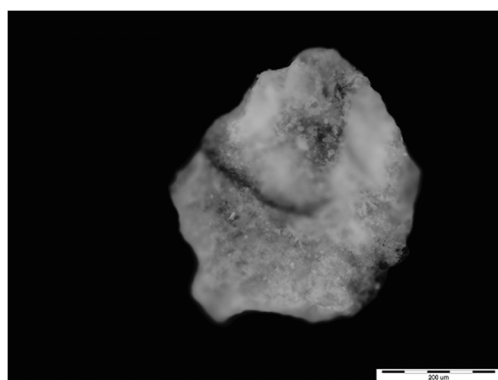
MS 100



MS 158



MS 245



MS 346

Obr. 11: Frakce Merisorbu

### 7.3.2 Příprava Jenikeho smykového přístroje

Při měření smykových veličin na Jenikeho smykovém přístroji jsem použila napětí elektrického zdroje 8,7 V, které odpovídá elektrickému proudu 0,8 A, a stabilní rychlosti posunu snímacího hrotu 4 mm/min. Záznam signálu ze snímače Jenikeho smykového přístroje je zaznamenáván počítačem.<sup>25</sup>

Tab. 5: Použité hodnoty seřízení stabilního posuvu.

| Posuv<br>mm/min | Otáčky šroubu<br>ot. /min | Seřízení el. zdroje |     |
|-----------------|---------------------------|---------------------|-----|
|                 |                           | V                   | A   |
| 4               | 2                         | 8,7                 | 0,8 |



### 7.3.3 Příprava vzorku

Příprava vzorku sestává z několika kroků, které jsem v průběhu měření vždy opakovala při novém plnění cely.

Sestavila jsem měřicí celu tak, že na smykovou miskou jsem umístila smykový kroužek v přesahu 3 mm (= tloušťka stěny smykového kroužku). Přesah je nastavitelný pomocí vodících šroubů. Poté jsem na smykový kroužek nasadila formovací kroužek. Měřicí celu jsem po částech naplnila materiálem za průběžného mírného stlačování. Povrch materiálu v měřicí cele jsem opatrně zarovнала.

Následuje proces *předkonsolidace*.

Na zarovnaný povrch prášku v měřicí cele jsem opatrně umístila konsolidační víko a poté konsolidační páku. Na konsolidační víko jsem zavěsila závěs a na něj závaží o příslušné hmotnosti  $m_w$ . Pro konsolidaci jsem použila závaží D. Otáčením konsolidační pákou ve směru hodinových ručiček o 90° tam a zpět jsem provedla *twistování* vzorku. Twistování se musí provádět pomalu a plynule s frekvencí asi jeden cyklus za sekundu.

Po twistování jsem opatrně sejmula závěs se závažím a konsolidační víko a odstranila jsem přebytečný materiál i formovací kroužek. Povrch prášku ve smykové cele jsem opatrně zarovнала.

Na povrch materiálu ve smykové cele jsem položila smykové víčko tak, aby konzola smykového víka byla umístěna přesně v ose pohybu snímacího hrotu. Víko jsem zatížila závěsem se závažím použitým v předsmyku (konkrétně se jednalo o závaží označené jako D).<sup>17</sup>



Obr. 12: Jenikeho smykový přístroj připravený ke smykové zkoušce.

### 7.3.4 Optimalizace postupu konsolidace

Cílem optimalizace je dosáhnout ustáleného stavu toku (*steady state*). Měření se provádí na celé využitelné dráze smyku o délce cca 6 mm. Zaznamenává se průběh smykové síly  $F_S$  v čase  $t$ .

Pro konsolidaci vzorku jsem zvolila různá závaží (2,6 kPa; 5,1 kPa; 7,6 kPa; 10,1 kPa), počet twistů (10 a 20) a rychlost posunu (2 a 4 mm/min).

Empiricky bylo zjištěno, že kriticky konsolidovaného vzorku se dosáhne při použití zatížení 10,1 kPa (odpovídá závaží D), provedení dvaceti twistovacích cyklů a použité rychlosti posunu 4 mm/min.

Podmínky experimentu a naměřená data jsou uvedeny v kap. výsledky v Tab. 9 a 10 a na Obr. 13. V tabulkách je použito normálové napětí  $\sigma$ , které se získá výpočtem z normálové síly  $F_V$  podle vztahu (6) v kap. 6.3.1.1. Přepočet je uveden v Tab. 8.

### 7.3.5 Smyková zkouška

Smyková zkouška se skládá z předsmyku a vlastního smyku. Smykovou celu jsem zatížila závažím D. Zapnula jsem pohon snímacího hrotu a měřila smykové napětí  $\tau$  až k hodnotě ustáleného toku (*steady shear*).

Po dosažení této hodnoty jsem pohon snímacího hrotu vypnula, opatrně jsem odebrala závěs se závažím D ze smykového víka a vyměnila ho za nižší zátěž. Spustila jsem pohon snímacího hrotu. Snímací hrot jsem nechala působit až do konce dráhy.

Po měření jsem před vysypáním materiálu vždy zjistila hmotnost měřeného vzorku ve smykové misce a ve smykovém kroužku  $m_M$  na elektronických váhách s přesností na 0,1g. Zvažila jsem měřící celu s měřeným materiálem a odečtením její hmotnosti jsem určila hmotnost vzorku.

Z hmotnosti vzorku  $m_M$  lze zjistit hmotnost materiálu nad smykovou rovinou, tedy ve smykovém kroužku  $m_S$ . Hmotnost vzorku ve smykovém kroužku  $m_S$  jsem vypočítala podle poměru objemu smykové misky a smykového kroužku. Objem ( $m^3$ ) jsem vypočítala podle vzorce:

$$V = \pi \cdot r^2 \cdot H \quad (12)$$

kde  $\pi$  je Ludolfovo číslo (3,1416),  $r$  je poloměr válce (m),  $H$  je výška válce (m).

Poté jsem celu vyprázdnila, všechny součásti měřící cely důkladně očistila a znovu naplnila vzorkem.

Vždy jsem provedla za stejných podmínek předkonsolidaci a předsmyk se závažím D. Pro vlastní smyk jsem použila postupně závaží vždy v nižší hmotnosti (C, B, A). Pro měření jsem použila vždy nový vzorek materiálu. Každé měření s dílčími zátěžemi jsem opakovala nejméně čtyřikrát. Pokud jsem měla nedostatek materiálu pro další měření, použila jsem již jednou měřený materiál, který jsem pečlivě nakypřila (rozvolnila).<sup>17</sup>

Výsledky smykových testů a obrazové záznamy jsou uvedeny v Tab. 11 – 22 a na Obr. 14 - 23. V tabulkách je použito normálové napětí  $\sigma$ , které se získá výpočtem z normálové síly  $F_V$  podle vztahu (6) v kapitole 6.3.1.1. Přepočtení je uveden v Tab. 8.

Pro popis vzorků jsem použila následující kódování.

|                    |   |
|--------------------|---|
| MS                 | Merisorb                                |
| 346; 245; 158; 100 | Velikost části frakce ( $\mu\text{m}$ ) |
| Číslo              | Číslo vzorku                            |

Např. MS 346 – 1 znamená, že se jedná o velikostní frakci Merisorbu s průměrnou velikostí částic 346  $\mu\text{m}$ , vzorek č. 1.

Tab. 6: Symboly hmotnosti použité při smykové zkoušce

|       |    |   |
|-------|----|---|
| $m_A$ | kg | hmotnost smykové misky                              |
| $m_H$ | kg | hmotnost závěsu                                     |
| $m_L$ | kg | hmotnost smykového víka                             |
| $m_M$ | kg | hmotnost vzorku ve smykové misce a smykovém kroužku |
| $m_R$ | kg | hmotnost smykového kroužku                          |
| $m_S$ | kg | hmotnost vzorku ve smykovém kroužku                 |
| $m_W$ | kg | hmotnost závaží                                     |

Tab. 7: Parametry smykového přístroje

|                 | Vnitřní<br>průměr<br>(m) | Poloměr<br>(m) | Výška<br>(m) | Hmotnost<br>(kg) | Objem<br>( $\text{m}^3$ ) | Plocha<br>( $\text{m}^2$ ) |
|-----------------|--------------------------|----------------|--------------|------------------|---------------------------|----------------------------|
| Smyková miska   | 0,1000                   | 0,0500         | 0,0190       | 0,3166           | 0,0001492                 | 0,007850                   |
| Smykový kroužek | 0,1000                   | 0,0500         | 0,0160       | 0,1136           | 0,0001256                 | -                          |
| Smykové víčko   | 0,0990                   | 0,0495         | 0,0002       | 0,0980           | -                         | 0,007694                   |
| Závěs           | -                        | -              | -            | 0,8493           | -                         | -                          |
| Závaží A        | -                        | -              | -            | 1,0097           | -                         | -                          |
| Závaží B        | -                        | -              | -            | 2,9677           | -                         | -                          |
| Závaží C        | -                        | -              | -            | 4,9257           | -                         | -                          |
| Závaží D        | -                        | -              | -            | 6,8827           | -                         | -                          |
| Závaží E        | -                        | -              | -            | 8,8397           | -                         | -                          |

Tab. 8: Převod normálové síly  $F_V$  na normálové napětí  $\sigma$  podle vztahu (6)

| Označení<br>závaží | Zátěž (kg)<br>( $m_W+m_H+m_L+m_R+m_S$ ) | A (m <sup>2</sup> ) | $\sigma$ (kPa) |
|--------------------|---|---------------------|----------------|
| A                  | 2,25                                    | 0,007694            | 2,87           |
| B                  | 4,21                                    |                     | 5,37           |
| C                  | 6,17                                    |                     | 7,87           |
| D                  | 8,13                                    |                     | 10,36          |

### 7.3.6 Vyhodnocení

Výsledky smykových testů jsou vyjádřeny smykovým napětím  $\tau$  a normálovým napětím  $\sigma$  na smykovou rovinu.

Normálové napětí je přímo úměrné hmotnosti zátěže. Vypočítáme jej podle vztahu (6). Výsledky jsou uvedeny v Tab. 8.

Smykové napětí  $\tau$  získáme přepočtem z naměřené smykové síly  $F_S$  podle vztahu (7).

Sestrojila jsem mezní křivky kluzu pro dané vzorky. Mezní křivky kluzu jsou tvořeny body o souřadnicích  $\sigma - \tau$ , které byly získány ze smykových testů. Sestrojení mezní křivky kluzu je popsáno v kapitole 6.3.1.3 na Obr. 4, výsledky experimentu jsou zobrazeny na Obr. 24 – 27.

Zhotovila jsem Mohrovy kružnice a tím získala hodnoty  $\sigma_1, \sigma_2$  – větší a menší hlavní napětí,  $\sigma_c$  - charakterizující tlakovou pevnost, úhel vnitřního tření  $\varphi_i$ , efektivní úhel vnitřního tření  $\varphi_e$ , hodnotu soudržnosti  $\tau_c$  a pevnost v tahu  $\sigma_t$ . Zobrazeny jsou na Obr. 28, 29.

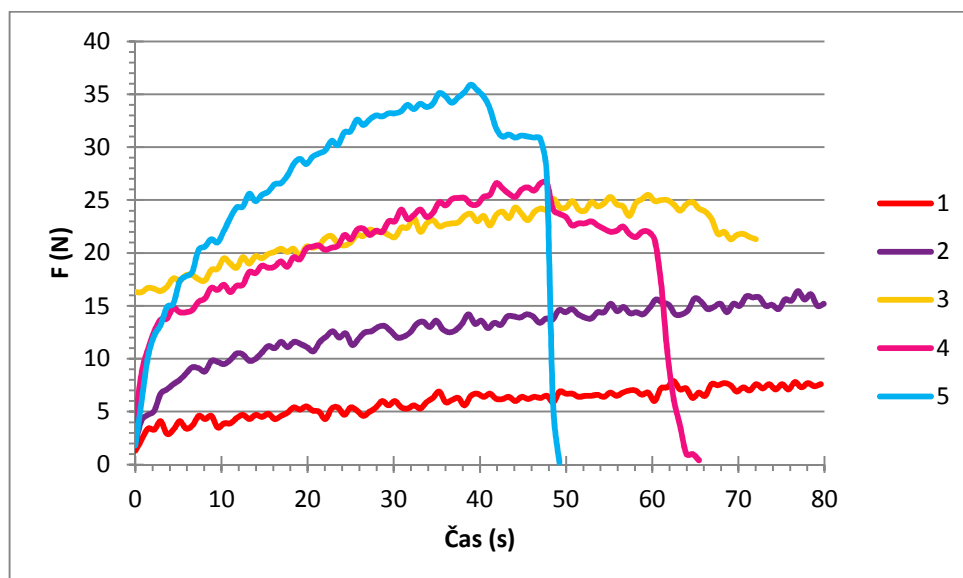
Vypočítala jsem hodnotu tokové funkce  $ff_c$  podle vztahu (11).

Pro sestrojení mezní křivky kluzu a Mohrových kružnic jsem využila program GeoGebra.

## 8 Výsledky

Tab. 9: Uspořádání optimalizace smykového testu.

| Vzorek | Konsolidační zátěž<br>(kPa) | Počet twistů | Rychlost posuvu<br>(mm/min) |
|--------|-----------------------------|--------------|-----------------------------|
| 1      | 2,87                        | 10           | 2                           |
| 2      | 5,37                        | 10           | 2                           |
| 3      | 7,87                        | 10           | 4                           |
| 4      | 7,87                        | 20           | 4                           |
| 5      | 10,36                       | 20           | 4                           |



Obr. 13: Výsledky optimalizace smykového testu.

Tab. 10: Ilustrace výsledků optimalizace smykového testu.

| Vzorek 1 |       | Vzorek 2 |       | Vzorek 3 |       | Vzorek 4 |       | Vzorek 5 |       |
|----------|-------|----------|-------|----------|-------|----------|-------|----------|-------|
| Čas (s)  | F (N) | Čas (s)  | F (N) | Čas (s)  | F (N) | Čas (s)  | F (N) | Čas (s)  | F (N) |
| 0,0      | 1,3   | 0,0      | 2,1   | 0,0      | 16,3  | 0,0      | 4,2   | 0,0      | 1,8   |
| 1,5      | 3,4   | 1,5      | 4,7   | 1,5      | 16,7  | 1,5      | 10,9  | 1,5      | 10,2  |
| 2,9      | 4,1   | 2,9      | 6,7   | 2,9      | 16,4  | 2,9      | 13,7  | 2,9      | 13,2  |
| 5,9      | 3,4   | 5,9      | 8,6   | 5,9      | 17,9  | 5,9      | 14,4  | 5,9      | 17,8  |
| 7,4      | 4,6   | 7,4      | 9,1   | 7,3      | 17,5  | 7,3      | 15,4  | 7,3      | 20,3  |
| 8,8      | 4,6   | 8,8      | 9,8   | 8,8      | 18,4  | 8,8      | 16,7  | 8,8      | 21,3  |
| 11,8     | 4,4   | 11,8     | 10,5  | 11,8     | 18,6  | 11,8     | 16,9  | 11,8     | 24,3  |
| 13,2     | 4,3   | 13,2     | 9,8   | 13,2     | 19,0  | 13,2     | 18,2  | 13,2     | 25,6  |
| 14,7     | 4,5   | 14,7     | 10,6  | 14,7     | 19,5  | 14,7     | 18,8  | 14,7     | 25,5  |
| 17,6     | 4,9   | 17,7     | 11,1  | 17,6     | 20,1  | 17,6     | 18,7  | 17,6     | 27,3  |
| 19,1     | 5,2   | 19,2     | 11,4  | 19,1     | 19,7  | 19,1     | 19,4  | 19,1     | 28,9  |
| 20,6     | 5,1   | 20,7     | 10,7  | 20,6     | 20,5  | 20,6     | 20,6  | 20,6     | 29,1  |
| 23,5     | 5,4   | 23,7     | 12,0  | 23,5     | 20,9  | 23,5     | 20,7  | 23,5     | 30,2  |
| 25,0     | 5,4   | 25,2     | 11,3  | 25,0     | 21,0  | 25,0     | 21,3  | 25,0     | 31,5  |
| 26,5     | 4,6   | 26,7     | 12,5  | 26,5     | 21,6  | 26,5     | 22,3  | 26,5     | 32,1  |
| 27,9     | 5,4   | 28,2     | 13,0  | 27,9     | 22,0  | 27,9     | 22,1  | 27,9     | 33,0  |
| 29,4     | 5,6   | 29,7     | 12,6  | 29,4     | 21,7  | 29,4     | 23,0  | 29,4     | 33,2  |
| 32,3     | 5,6   | 32,7     | 13,3  | 32,3     | 23,3  | 32,3     | 23,6  | 32,3     | 33,6  |
| 33,8     | 5,9   | 34,2     | 13,0  | 33,8     | 22,8  | 33,8     | 23,4  | 33,8     | 33,8  |
| 35,3     | 6,9   | 35,7     | 12,8  | 35,3     | 22,5  | 35,3     | 24,8  | 35,3     | 35,1  |
| 38,2     | 5,6   | 38,7     | 14,2  | 38,2     | 23,5  | 38,2     | 25,2  | 38,2     | 35,2  |
| 39,7     | 6,7   | 40,2     | 13,6  | 39,7     | 23,0  | 39,7     | 24,6  | 39,7     | 35,4  |
| 42,6     | 6,2   | 43,2     | 14,0  | 42,6     | 23,9  | 42,6     | 26,1  | 42,6     | 31,0  |
| 45,6     | 6,2   | 46,2     | 14,0  | 45,6     | 23,1  | 45,6     | 26,2  | 45,5     | 31,0  |
| 47,0     | 6,3   | 47,7     | 13,8  | 47,1     | 24,2  | 47,0     | 26,6  | 47,0     | 30,8  |
| 48,5     | 5,9   | 49,2     | 14,6  | 48,5     | 25,1  | 48,5     | 24,1  | 48,5     | 5,8   |

Tab. 11: Výsledky smykové zkoušky MS 100 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím C).

| <b>Závaží D (10,36 kPa)</b> |              |                |              | <b>Závaží C (7,87 kPa)</b> |              |                |              |
|-----------------------------|--------------|----------------|--------------|----------------------------|--------------|----------------|--------------|
| <b>Čas (s)</b>              | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b> | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b>             | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b> | <b>F (N)</b> |
| 0,0                         | 4,6          | 29,4           | 35,1         | 0,0                        | 12,1         | 29,4           | 24,8         |
| 1,5                         | 11,5         | 30,9           | 35,6         | 1,5                        | 18,9         | 30,9           | 24,9         |
| 2,2                         | 14,6         | 31,6           | 36,5         | 2,2                        | 20,3         | 31,6           | 23,9         |
| 3,7                         | 20,9         | 33,1           | 36,6         | 3,7                        | 22,9         | 33,1           | 24,0         |
| 5,2                         | 23,8         | 34,5           | 36,1         | 5,2                        | 23,5         | 34,5           | 24,4         |
| 6,6                         | 24,9         | 36,0           | 36,6         | 6,6                        | 24,1         | 36,0           | 24,3         |
| 8,1                         | 25,1         | 37,5           | 37,3         | 8,1                        | 24,3         | 37,5           | 24,2         |
| 9,6                         | 27,0         | 39,0           | 37,0         | 9,6                        | 24,4         | 39,0           | 24,1         |
| 11,0                        | 28,3         | 40,4           | 36,6         | 11,0                       | 24,4         | 40,4           | 24,8         |
| 12,5                        | 29,3         | 41,9           | 36,3         | 12,5                       | 24,0         | 41,9           | 24,2         |
| 13,2                        | 29,6         | 42,6           | 36,7         | 13,2                       | 24,6         | 42,6           | 23,8         |
| 14,0                        | 30,1         | 43,4           | 36,7         | 14,0                       | 24,7         | 43,4           | 22,2         |
| 15,4                        | 31,0         | 44,8           | 36,5         | 15,4                       | 24,4         | 44,8           | 21,6         |
| 16,9                        | 31,5         | 46,3           | 35,9         | 16,9                       | 23,5         | 46,3           | 15,9         |
| 18,4                        | 32,4         | 47,8           | 36,0         | 18,4                       | 24,6         | 47,8           | 6,1          |
| 19,8                        | 32,5         | 49,2           | 35,9         | 19,8                       | 24,7         | 49,2           | 0,5          |
| 21,3                        | 33,1         | 50,7           | 32,8         | 21,3                       | 24,7         |                |              |
| 22,8                        | 33,7         | 52,2           | 31,3         | 22,8                       | 24,4         |                |              |
| 24,2                        | 34,1         | 53,6           | 31,3         | 24,3                       | 24,7         |                |              |
| 25,7                        | 34,9         | 55,1           | 30,6         | 25,7                       | 25,2         |                |              |
| 27,2                        | 35,9         | 56,6           | 29,8         | 27,2                       | 24,1         |                |              |
| 28,7                        | 35,4         | 58,0           | 29,6         | 28,7                       | 24,4         |                |              |



Tab. 12: Výsledky smykové zkoušky MS 100 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím B).

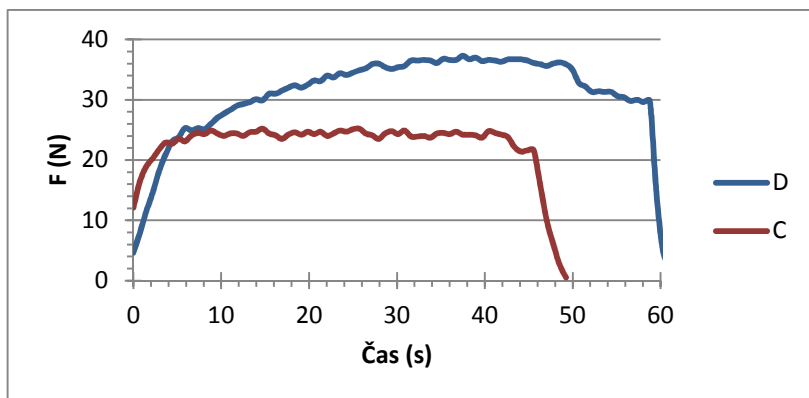
| <b>Závaží D (10,36 kPa)</b> |              |                |              | <b>Závaží B (5,37 kPa)</b> |              |                |              |
|-----------------------------|--------------|----------------|--------------|----------------------------|--------------|----------------|--------------|
| <b>Čas (s)</b>              | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b> | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b>             | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b> | <b>F (N)</b> |
| 0,0                         | 5,5          | 27,2           | 32,3         | 0,0                        | 10,4         | 27,2           | 16,1         |
| 0,7                         | 11,1         | 27,9           | 32,7         | 0,7                        | 12,7         | 27,9           | 16,2         |
| 1,5                         | 14,4         | 28,7           | 32,6         | 1,5                        | 14,5         | 28,7           | 16,0         |
| 2,9                         | 18,8         | 30,1           | 33,2         | 2,9                        | 15,1         | 30,1           | 16,0         |
| 3,7                         | 19,4         | 30,9           | 32,7         | 3,7                        | 16,3         | 30,9           | 16,5         |
| 5,9                         | 22,6         | 33,1           | 32,8         | 5,9                        | 15,7         | 33,1           | 15,6         |
| 7,3                         | 23,7         | 34,5           | 34,1         | 7,3                        | 15,9         | 34,5           | 15,9         |
| 8,1                         | 24,4         | 35,3           | 33,3         | 8,1                        | 15,6         | 35,3           | 15,7         |
| 9,6                         | 24,8         | 36,7           | 33,3         | 9,5                        | 16,7         | 36,8           | 16,3         |
| 10,3                        | 25,2         | 37,5           | 32,8         | 10,3                       | 16,2         | 37,5           | 15,7         |
| 12,5                        | 27,0         | 39,7           | 33,9         | 12,5                       | 16,0         | 39,7           | 15,7         |
| 14,0                        | 27,2         | 41,2           | 33,9         | 14,0                       | 16,0         | 41,2           | 14,1         |
| 14,7                        | 28,0         | 41,9           | 33,3         | 14,7                       | 17,1         | 41,9           | 14,4         |
| 16,2                        | 28,3         | 43,4           | 32,9         | 16,2                       | 16,3         | 43,4           | 14,2         |
| 16,9                        | 29,2         | 44,1           | 33,4         | 16,9                       | 16,7         | 44,1           | 6,8          |
| 18,4                        | 29,3         | 45,6           | 33,7         | 18,4                       | 16,2         | 45,6           | 0,2          |
| 19,1                        | 30,2         | 46,3           | 33,6         | 19,1                       | 15,9         |                |              |
| 20,6                        | 29,9         | 47,8           | 32,7         | 20,6                       | 16,0         |                |              |
| 21,3                        | 30,5         | 48,5           | 33,1         | 21,3                       | 16,4         |                |              |
| 23,5                        | 31,4         | 50,7           | 30,8         | 23,5                       | 15,9         |                |              |
| 25,0                        | 31,7         | 52,2           | 29,7         | 25,0                       | 16,2         |                |              |
| 25,7                        | 31,9         | 52,9           | 29,1         | 25,7                       | 16,3         |                |              |
|                             |              |                |              |                            |              |                |              |

Tab. 13: Výsledky smykové zkoušky MS 100 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím A).

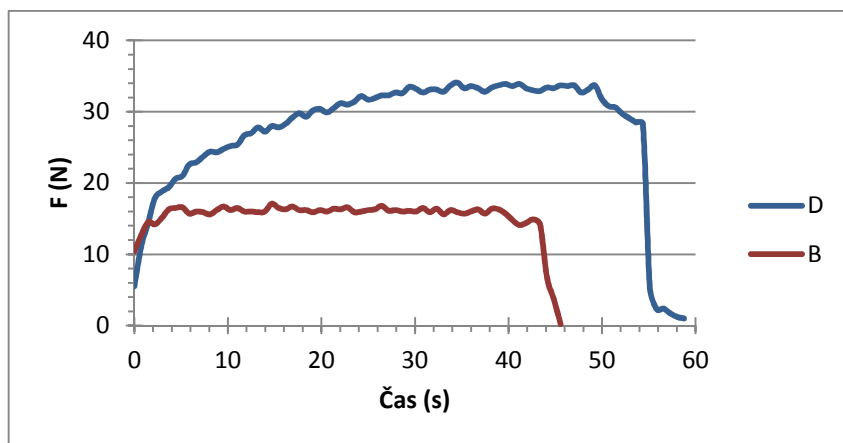
| Závaží D (10,36 kPa) |       |         |       | Závaží A (2,87 kPa) |       |         |       |
|----------------------|-------|---------|-------|---------------------|-------|---------|-------|
| Čas (s)              | F (N) | Čas (s) | F (N) | Čas (s)             | F (N) | Čas (s) | F (N) |
| 0,0                  | 1,9   | 28,6    | 35,7  | 0,0                 | 5,0   | 28,7    | 7,7   |
| 0,7                  | 6,8   | 29,4    | 36,3  | 0,7                 | 7,4   | 29,4    | 7,8   |
| 1,5                  | 9,9   | 30,1    | 35,9  | 1,5                 | 7,8   | 30,1    | 8,1   |
| 2,9                  | 15,9  | 31,6    | 36,4  | 2,9                 | 9,0   | 31,6    | 7,4   |
| 3,7                  | 18,3  | 32,3    | 36,9  | 3,7                 | 8,3   | 32,3    | 7,0   |
| 5,1                  | 20,1  | 33,8    | 36,9  | 5,1                 | 9,0   | 33,8    | 7,8   |
| 7,3                  | 23,3  | 36,0    | 36,6  | 7,3                 | 9,3   | 36,0    | 7,1   |
| 8,1                  | 23,7  | 36,7    | 36,5  | 8,1                 | 8,5   | 36,8    | 6,8   |
| 9,5                  | 25,5  | 38,2    | 37,1  | 9,5                 | 8,4   | 38,2    | 8,2   |
| 11,8                 | 27,4  | 40,4    | 36,9  | 11,8                | 9,0   | 40,4    | 7,8   |
| 12,5                 | 27,6  | 41,1    | 36,8  | 12,5                | 8,4   | 41,2    | 7,2   |
| 14,0                 | 27,8  | 42,6    | 36,7  | 14,0                | 8,1   | 42,6    | 7,6   |
| 16,2                 | 30,5  | 44,8    | 36,9  | 16,2                | 8,0   | 44,8    | 7,4   |
| 16,9                 | 31,2  | 45,5    | 36,9  | 16,9                | 7,7   | 45,6    | 6,8   |
| 18,4                 | 30,8  | 47,0    | 36,4  | 18,4                | 8,1   | 47,0    | 6,5   |
| 20,6                 | 33,3  | 49,2    | 36,7  | 20,6                | 7,6   | 49,2    | 0,3   |
| 22,0                 | 33,6  | 50,7    | 34,0  | 22,0                | 7,7   |         |       |
| 22,8                 | 33,7  | 51,4    | 33,0  | 22,8                | 7,8   |         |       |
| 24,2                 | 34,0  | 52,9    | 32,5  | 24,3                | 7,4   |         |       |
| 25,0                 | 34,1  | 53,6    | 32,0  | 25,0                | 7,4   |         |       |
| 26,4                 | 35,6  | 55,1    | 31,2  | 26,5                | 8,0   |         |       |
| 27,2                 | 35,6  | 55,8    | 3,5   | 27,2                | 7,6   |         |       |
|                      |       |         |       |                     |       |         |       |

Tab. 14: Výsledky smykové zkoušky MS 100 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím C, B, A).

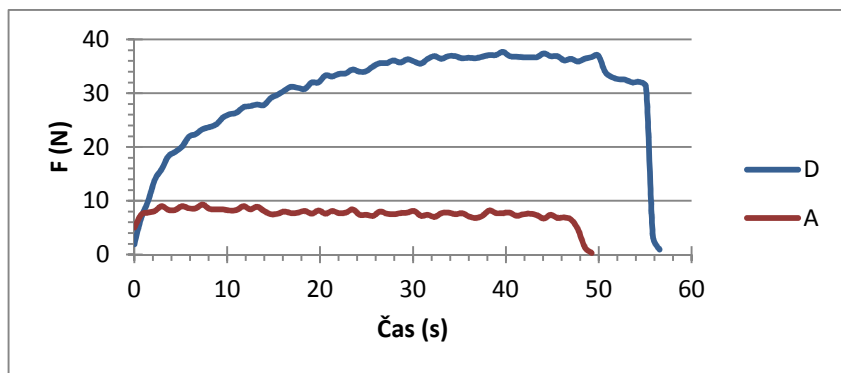
| D (10,36 kPa) |       | C (7,87 kPa) |       | B (5,37 kPa) |       | A (2,87kPa) |       |
|---------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|-------------|-------|
| Čas (s)       | F (N) | Čas (s)      | F (N) | Čas (s)      | F (N) | Čas (s)     | F (N) |
| 0,0           | 2,6   | 0,0          | 10,9  | 0,0          | 8,5   | 0,0         | 6,2   |
| 0,7           | 5,9   | 0,7          | 15,2  | 0,7          | 12,4  | 0,8         | 7,6   |
| 2,2           | 11,9  | 2,2          | 18,7  | 1,5          | 14,0  | 1,5         | 7,6   |
| 3,7           | 18,6  | 2,9          | 21,3  | 2,2          | 14,7  | 2,3         | 7,6   |
| 5,1           | 20,7  | 4,4          | 23,2  | 2,9          | 15,9  | 3,0         | 8,1   |
| 6,6           | 22,8  | 6,6          | 23,6  | 3,7          | 15,7  | 3,8         | 7,9   |
| 8,1           | 23,7  | 7,3          | 24,6  | 4,4          | 15,3  | 4,5         | 7,6   |
| 9,5           | 24,4  | 8,8          | 24,0  | 5,1          | 15,1  | 5,2         | 7,5   |
| 11,0          | 25,8  | 9,5          | 24,1  | 5,9          | 15,7  | 6,0         | 8,1   |
| 12,5          | 26,4  | 11,0         | 24,3  | 6,6          | 15,8  | 6,7         | 8,2   |
| 14,0          | 27,8  | 13,2         | 25,1  | 7,3          | 15,5  | 7,4         | 7,6   |
| 14,7          | 28,3  | 14,0         | 25,3  | 8,1          | 16,2  | 8,2         | 7,3   |
| 15,4          | 28,2  | 15,4         | 25,7  | 8,8          | 16,4  | 8,9         | 7,6   |
| 16,9          | 29,4  | 16,2         | 25,4  | 9,6          | 15,6  | 9,6         | 7,2   |
| 17,6          | 30,6  | 16,9         | 25,4  | 10,3         | 15,8  | 10,4        | 7,3   |
| 19,1          | 31,0  | 17,6         | 25,8  | 11,0         | 15,3  | 11,1        | 7,9   |
| 20,6          | 31,9  | 19,1         | 25,6  | 11,8         | 15,0  | 11,8        | 8,7   |
| 22,0          | 32,0  | 19,8         | 25,4  | 12,5         | 14,8  | 12,6        | 7,6   |
| 25,0          | 33,8  | 21,3         | 23,8  | 13,2         | 14,8  | 13,3        | 2,3   |
| 27,9          | 34,0  | 22,0         | 23,1  | 14,0         | 13,8  | 14,0        | 0,2   |
| 30,1          | 32,6  | 23,5         | 22,4  | 14,7         | 14,0  | 14,8        | 0,2   |
| 31,6          | 31,1  | 24,3         | 21,8  | 15,4         | 13,3  | 15,5        | 0,2   |



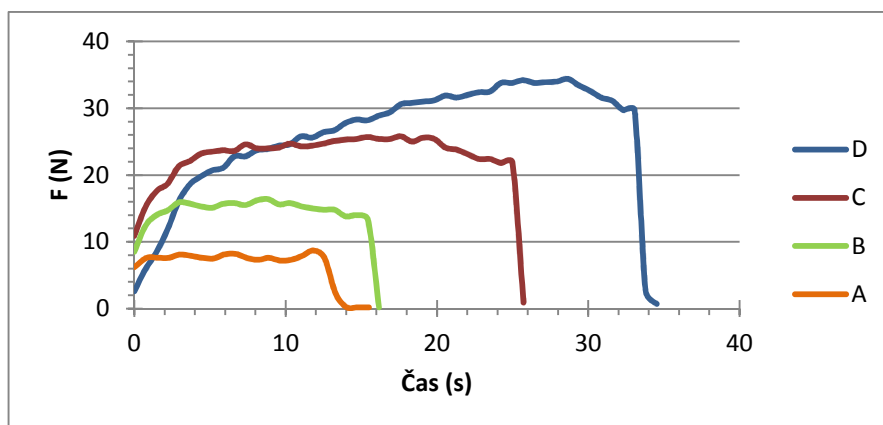
Obr. 14: Smyková zkouška MS 100 se zatížením C.



Obr. 15: Smyková zkouškami MS 100 se zatížením B.



Obr. 16: Smyková zkouška MS 100 se zatížením A.



Obr. 17: Smyková zkouška MS 100 se zatížením C, B, A.

Tab. 15: Výsledky smykové zkoušky MS 158 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím C).

| <b>Závaží D (10,36 kPa)</b> |              |                |              | <b>Závaží C (7,87 kPa)</b> |              |
|-----------------------------|--------------|----------------|--------------|----------------------------|--------------|
| <b>Čas (s)</b>              | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b> | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b>             | <b>F (N)</b> |
| 0,0                         | 6,0          | 36,0           | 34,8         | 0,0                        | 9,4          |
| 0,7                         | 10,1         | 36,8           | 34,7         | 0,7                        | 9,0          |
| 2,2                         | 15,2         | 38,3           | 35,1         | 2,2                        | 13,8         |
| 2,9                         | 18,1         | 39,0           | 35,3         | 2,9                        | 16,7         |
| 4,4                         | 20,3         | 40,5           | 35,1         | 4,4                        | 19,8         |
| 5,1                         | 21,4         | 41,2           | 34,5         | 5,1                        | 20,7         |
| 6,6                         | 22,8         | 42,7           | 34,9         | 6,6                        | 22,7         |
| 7,4                         | 22,8         | 43,4           | 34,9         | 7,4                        | 22,1         |
| 9,6                         | 25,0         | 45,6           | 35,1         | 8,8                        | 22,9         |
| 11,0                        | 26,4         | 47,1           | 34,5         | 9,6                        | 22,6         |
| 11,8                        | 26,9         | 47,8           | 33,5         | 11,0                       | 23,5         |
| 13,2                        | 27,4         | 49,3           | 31,2         | 11,8                       | 24,2         |
| 15,4                        | 28,9         | 51,6           | 29,9         | 13,3                       | 22,9         |
| 17,6                        | 30,1         | 53,8           | 29,4         | 14,0                       | 22,8         |
| 19,1                        | 30,1         | 55,3           | 29,6         | 15,5                       | 23,1         |
| 21,3                        | 32,0         | 57,5           | 29,0         | 16,2                       | 23,3         |
| 23,5                        | 32,1         | 59,7           | 28,5         | 17,7                       | 23,5         |
| 25,8                        | 32,8         | 61,9           | 28,1         | 19,1                       | 23,0         |
| 29,4                        | 33,5         | 65,6           | 27,8         | 21,3                       | 23,4         |
| 30,2                        | 33,8         | 66,3           | 27,4         | 23,5                       | 23,2         |
| 31,6                        | 33,7         | 67,8           | 27,3         | 25,8                       | 20,9         |
| 33,8                        | 35,2         | 70,0           | 27,2         | 28,0                       | 15,9         |

Tab. 16: Výsledky smykové zkoušky MS 158 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím B).

| <b>Závaží D (10,36 kPa)</b> |              |                |              | <b>Závaží B<br/>(5,37 kPa)</b> |              |
|-----------------------------|--------------|----------------|--------------|--------------------------------|--------------|
| <b>Čas (s)</b>              | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b> | <b>F (N)</b> | <b>Čas (s)</b>                 | <b>F (N)</b> |
| 25,7                        | 2,2          | 52,2           | 24,5         | 0,0                            | 3,3          |
| 27,2                        | 8,4          | 53,7           | 24,9         | 0,7                            | 3,7          |
| 28,7                        | 10,0         | 55,2           | 25,5         | 2,2                            | 7,6          |
| 30,2                        | 11,8         | 56,6           | 25,1         | 3,7                            | 9,4          |
| 31,6                        | 13,3         | 58,1           | 26,3         | 4,4                            | 10,8         |
| 33,1                        | 14,0         | 59,6           | 26,2         | 5,9                            | 12,7         |
| 34,6                        | 15,4         | 61,1           | 26,6         | 6,6                            | 12,1         |
| 36,0                        | 17,1         | 62,5           | 27,1         | 8,8                            | 12,6         |
| 37,5                        | 18,6         | 64,0           | 26,7         | 10,3                           | 12,7         |
| 39,0                        | 19,6         | 65,5           | 27,7         | 11,8                           | 14,4         |
| 40,5                        | 19,6         | 66,9           | 27,6         | 13,2                           | 14,0         |
| 41,9                        | 21,0         | 68,4           | 27,5         | 14,7                           | 13,7         |
| 43,4                        | 22,2         | 69,9           | 27,9         | 16,2                           | 15,0         |
| 44,9                        | 22,0         | 71,3           | 28,9         | 17,7                           | 14,9         |
| 45,6                        | 21,8         | 72,1           | 28,3         | 19,1                           | 14,3         |
| 46,3                        | 22,7         | 72,8           | 28,5         | 20,6                           | 14,0         |
| 47,1                        | 22,8         | 73,6           | 26,9         | 22,1                           | 15,0         |
| 47,8                        | 23,2         | 74,3           | 25,6         | 24,3                           | 14,6         |
| 48,6                        | 23,9         | 75,1           | 25,1         | 26,5                           | 12,5         |
| 49,3                        | 23,4         | 75,8           | 24,9         | 28,0                           | 12,5         |
| 50,0                        | 24,1         | 76,6           | 24,7         | 29,4                           | 11,6         |
| 51,5                        | 24,3         | 78,1           | 23,6         | 30,9                           | 11,8         |

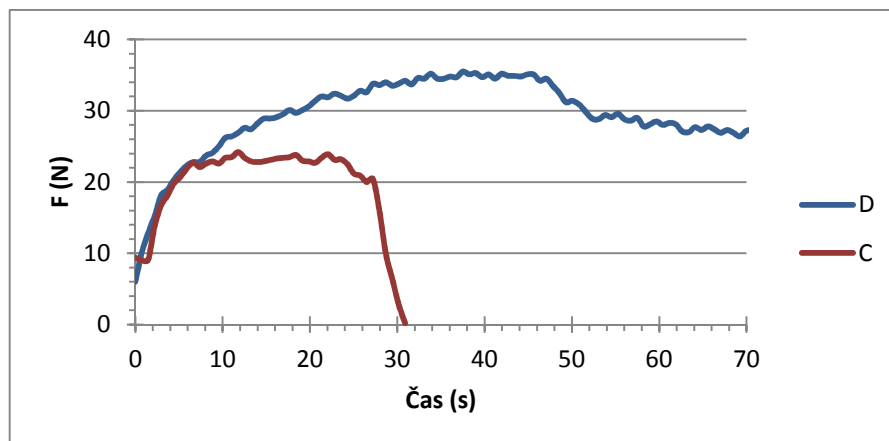
Tab. 17: Výsledky smykové zkoušky MS 158 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím A).

| Závaží D (10,36 kPa) |       |         |       | Závaží A (2,87 kPa) |       |         |       |
|----------------------|-------|---------|-------|---------------------|-------|---------|-------|
| Čas (s)              | F (N) | Čas (s) | F (N) | Čas (s)             | F (N) | Čas (s) | F (N) |
| 4,4                  | 3,2   | 34,3    | 31,8  | 0,0                 | 1,5   | 30,0    | 4,9   |
| 5,8                  | 11,6  | 35,8    | 31,6  | 1,5                 | 3,6   | 31,5    | 4,8   |
| 7,3                  | 15,2  | 37,2    | 31,8  | 2,9                 | 5,1   | 32,9    | 5,3   |
| 8,7                  | 15,3  | 38,7    | 32,2  | 4,4                 | 6,0   | 34,4    | 5,2   |
| 10,2                 | 16,2  | 40,2    | 33,0  | 5,9                 | 7,2   | 35,9    | 4,7   |
| 11,6                 | 17,7  | 41,6    | 32,3  | 7,3                 | 6,6   | 37,3    | 4,9   |
| 13,1                 | 19,9  | 43,1    | 32,7  | 8,8                 | 5,7   | 38,8    | 4,6   |
| 14,6                 | 20,4  | 44,6    | 33,3  | 10,2                | 6,1   | 40,2    | 5,2   |
| 16,0                 | 21,1  | 46,0    | 33,9  | 11,7                | 6,5   | 41,7    | 4,4   |
| 17,5                 | 22,1  | 47,5    | 33,6  | 13,2                | 6,0   |         |       |
| 18,9                 | 23,9  | 48,9    | 33,1  | 14,6                | 5,2   |         |       |
| 20,4                 | 24,1  | 50,4    | 34,6  | 16,1                | 5,9   |         |       |
| 21,9                 | 25,5  | 51,9    | 34,6  | 17,6                | 5,7   |         |       |
| 23,3                 | 26,6  | 53,3    | 33,9  | 19,0                | 5,9   |         |       |
| 25,5                 | 27,7  | 55,5    | 32,6  | 21,2                | 5,2   |         |       |
| 27,0                 | 27,5  | 57,0    | 31,1  | 22,7                | 5,4   |         |       |
| 28,4                 | 28,6  | 58,5    | 29,1  | 24,2                | 4,7   |         |       |
| 29,9                 | 28,7  | 59,9    | 28,4  | 25,6                | 4,8   |         |       |
| 31,4                 | 29,8  | 61,4    | 28,6  | 27,1                | 4,6   |         |       |
| 32,1                 | 29,1  | 62,1    | 28,2  | 27,8                | 5,3   |         |       |
| 32,8                 | 30,0  | 62,8    | 27,9  | 28,5                | 5,2   |         |       |
| 33,6                 | 30,8  | 63,6    | 27,0  | 29,3                | 5,5   |         |       |

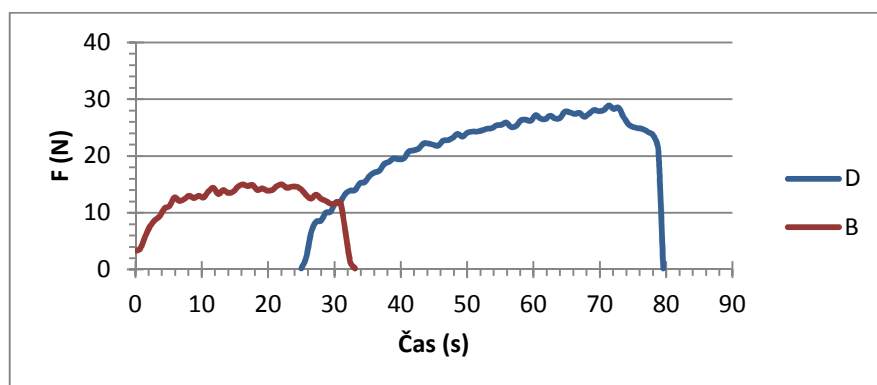


Tab. 18: Výsledky smykové zkoušky MS 158 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím C, B, A).

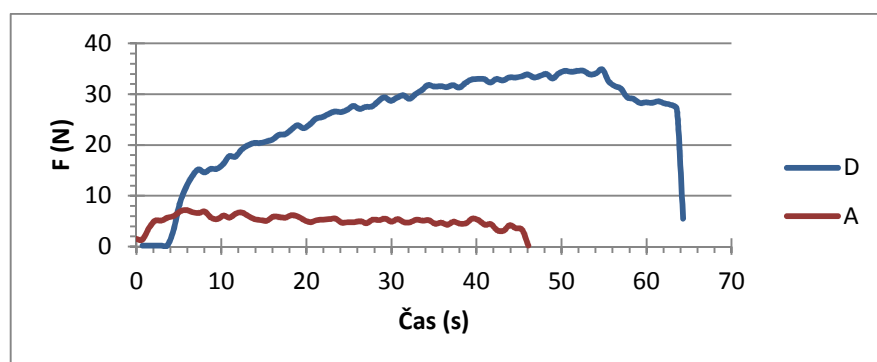
| D (10,36 kPa) |       | C (7,87 kPa) |       | B (5,37 kPa) |       | A (2,87 kPa) |       |
|---------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|
| Čas (s)       | F (N) | Čas (s)      | F (N) | Čas (s)      | F (N) | Čas (s)      | F (N) |
| 0,0           | 17,3  | 0,0          | 10,2  | 0,0          | 8,2   | 0,0          | 4,9   |
| 1,5           | 18,5  | 0,7          | 14,1  | 0,7          | 10,9  | 0,7          | 5,3   |
| 2,9           | 19,6  | 1,5          | 17,5  | 1,5          | 12,6  | 1,5          | 6,5   |
| 4,4           | 20,8  | 2,2          | 18,7  | 2,2          | 13,8  | 2,2          | 6,2   |
| 5,9           | 21,7  | 3,7          | 20,3  | 2,9          | 13,8  | 3,0          | 7,5   |
| 7,3           | 23,0  | 4,4          | 21,4  | 3,7          | 14,6  | 3,7          | 7,2   |
| 8,8           | 23,8  | 5,1          | 22,0  | 4,4          | 14,1  | 4,4          | 7,8   |
| 10,3          | 24,5  | 6,6          | 22,6  | 5,1          | 14,1  | 5,2          | 7,4   |
| 13,2          | 26,3  | 7,3          | 21,7  | 5,9          | 14,2  | 5,9          | 7,0   |
| 14,7          | 26,8  | 8,8          | 22,7  | 6,6          | 14,0  | 6,6          | 7,8   |
| 17,6          | 29,0  | 9,5          | 23,5  | 7,3          | 14,8  | 7,4          | 8,1   |
| 19,1          | 29,7  | 11,0         | 23,5  | 8,1          | 14,1  | 8,1          | 8,1   |
| 20,6          | 30,2  | 12,5         | 23,7  | 8,8          | 14,3  | 8,8          | 8,6   |
| 22,0          | 30,7  | 14,0         | 22,9  | 9,5          | 13,5  | 9,6          | 7,9   |
| 26,5          | 31,7  | 14,7         | 23,2  | 10,3         | 13,0  | 10,3         | 7,3   |
| 27,9          | 32,7  | 15,4         | 23,7  | 11,0         | 12,2  | 11,0         | 8,1   |
| 29,4          | 33,1  | 16,9         | 23,6  | 11,8         | 12,4  | 11,8         | 7,5   |
| 30,9          | 32,9  | 17,6         | 22,7  | 12,5         | 12,8  | 12,5         | 8,0   |
| 33,8          | 29,3  | 18,4         | 22,5  | 13,2         | 12,9  | 13,2         | 7,6   |
| 35,3          | 29,0  | 19,8         | 20,8  | 14,0         | 0,2   | 14,0         | 6,3   |
| 36,8          | 28,1  | 20,6         | 20,3  |              |       | 14,7         | 2,1   |
| 38,2          | 5,5   | 21,3         | 20,4  |              |       | 15,4         | 0,2   |



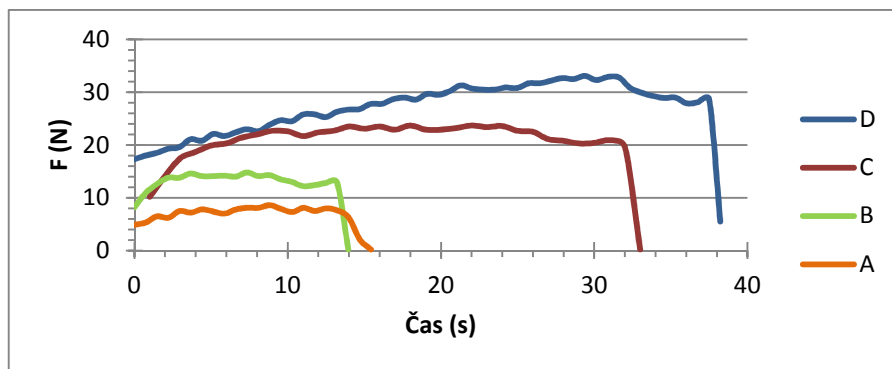
Obr. 18: Smyková zkouška MS 158 se zatížením C.



Obr. 19: Smyková zkouška MS 158 se zatížením B.



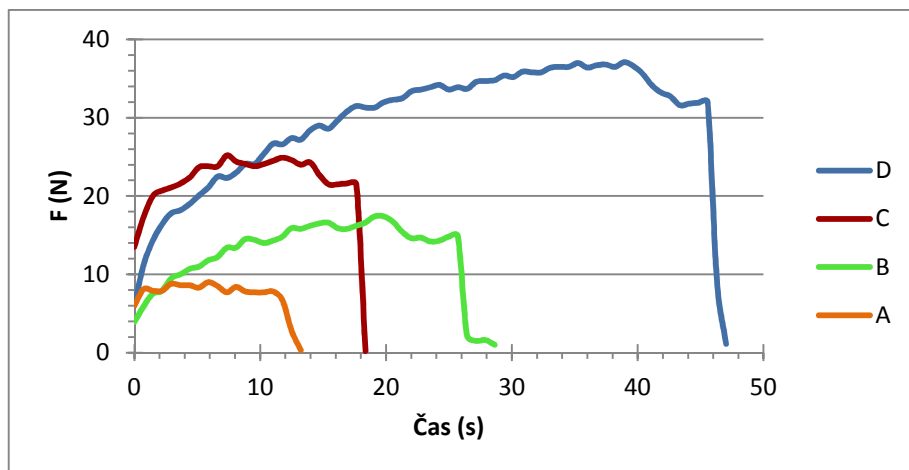
Obr. 20: Smyková zkouška MS 158 se zatížením A.



Obr. 21: Smyková zkouška MS 158 se zatížením C, B, A.

Tab. 19: Výsledky smykové zkoušky MS 245 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím C, B, A).

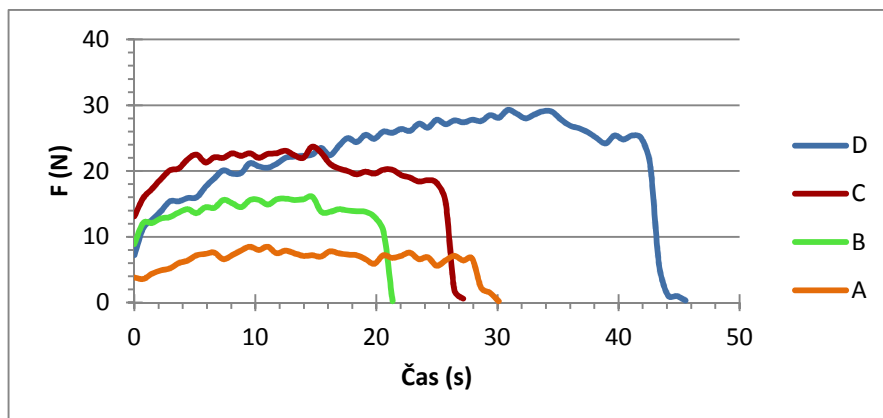
| D (10,36 kPa) |       | C (7,87 kPa) |       | B (5,37 kPa) |       | A (2,87 kPa) |       |
|---------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|
| Čas (s)       | F (N) | Čas (s)      | F (N) | Čas (s)      | F (N) | Čas (s)      | F (N) |
| 0,0           | 6,0   | 0,0          | 13,5  | 0,0          | 3,9   | 0,0          | 6,0   |
| 0,7           | 11,2  | 0,7          | 17,3  | 0,7          | 5,9   | 0,7          | 8,1   |
| 2,2           | 16,4  | 1,5          | 20,0  | 2,2          | 7,9   | 1,5          | 7,9   |
| 3,7           | 18,2  | 2,2          | 20,7  | 3,7          | 10,0  | 2,2          | 7,9   |
| 5,2           | 20,1  | 2,9          | 21,1  | 4,4          | 10,7  | 2,9          | 8,8   |
| 6,6           | 22,5  | 3,7          | 21,6  | 5,1          | 11,0  | 3,7          | 8,6   |
| 9,6           | 24,1  | 4,4          | 22,4  | 7,3          | 13,4  | 4,4          | 8,6   |
| 12,5          | 27,4  | 5,2          | 23,7  | 8,1          | 13,4  | 5,1          | 8,3   |
| 14,0          | 28,4  | 5,9          | 23,8  | 9,5          | 14,4  | 5,9          | 9,0   |
| 16,9          | 30,8  | 6,6          | 23,8  | 10,3         | 14,0  | 6,6          | 8,5   |
| 18,4          | 31,3  | 7,4          | 25,2  | 11,7         | 14,8  | 7,4          | 7,7   |
| 22,8          | 33,6  | 8,1          | 24,4  | 13,2         | 15,8  | 8,1          | 8,4   |
| 24,2          | 34,2  | 9,6          | 23,8  | 14,0         | 16,2  | 8,8          | 7,8   |
| 25,7          | 33,9  | 10,3         | 24,1  | 15,4         | 16,6  | 9,6          | 7,7   |
| 27,2          | 34,6  | 11,0         | 24,5  | 16,2         | 15,9  | 10,3         | 7,7   |
| 30,1          | 35,2  | 12,5         | 24,6  | 18,4         | 16,6  | 11,0         | 7,8   |
| 31,6          | 35,8  | 13,2         | 24,0  | 19,8         | 17,4  | 11,8         | 6,7   |
| 33,1          | 36,4  | 14,7         | 22,7  | 21,3         | 15,4  | 12,5         | 2,8   |
| 36,0          | 36,4  | 15,4         | 21,5  | 22,0         | 14,6  | 13,2         | 0,3   |
| 38,9          | 37,1  | 16,2         | 21,5  | 23,5         | 14,2  |              |       |
| 40,4          | 35,6  | 17,6         | 21,5  | 24,2         | 14,3  |              |       |
| 44,8          | 31,9  |              |       | 25,7         | 14,9  |              |       |



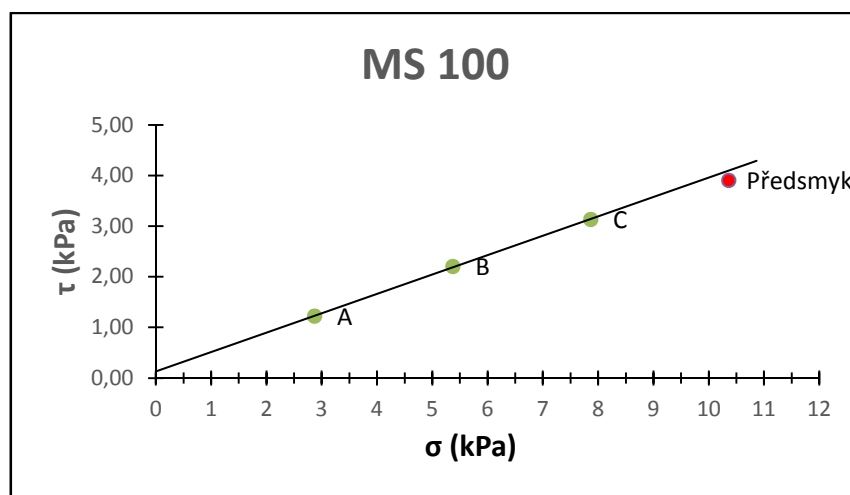
Obr. 22: Smyková zkouška MS 245 se zatížením C, B, A.

Tab. 20: Výsledky smykové zkoušky MS 346 (předsmyk se závažím D, smyk se závažím C, B, A).

| D (10,36 kPa) |       | C (7,87 kPa) |       | B (5,37 kPa) |       | A (2,87 kPa) |       |
|---------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|--------------|-------|
| Čas (s)       | F (N) | Čas (s)      | F (N) | Čas (s)      | F (N) | Čas (s)      | F (N) |
| 0,0           | 7,2   | 0,0          | 13,1  | 0,0          | 8,9   | 0,0          | 3,8   |
| 0,7           | 11,3  | 0,7          | 15,9  | 0,7          | 12,1  | 0,7          | 3,6   |
| 1,5           | 12,6  | 1,5          | 17,3  | 1,5          | 12,1  | 1,5          | 4,4   |
| 2,9           | 15,4  | 2,9          | 20,1  | 2,2          | 12,8  | 2,2          | 4,9   |
| 4,4           | 15,9  | 4,4          | 21,8  | 3,7          | 13,7  | 3,7          | 6,0   |
| 5,9           | 17,6  | 5,1          | 22,5  | 4,4          | 14,2  | 4,4          | 6,4   |
| 8,8           | 19,7  | 6,6          | 22,1  | 5,1          | 13,6  | 5,1          | 7,2   |
| 11,0          | 20,5  | 8,1          | 22,7  | 6,6          | 14,4  | 7,3          | 6,6   |
| 14,0          | 22,3  | 9,5          | 22,7  | 7,4          | 15,6  | 9,5          | 8,5   |
| 16,9          | 23,8  | 11,0         | 22,6  | 8,8          | 14,5  | 10,3         | 8,0   |
| 19,8          | 24,9  | 12,5         | 23,1  | 9,6          | 15,6  | 11,0         | 8,5   |
| 22,8          | 26,1  | 14,0         | 22,0  | 11,0         | 14,9  | 14,0         | 7,1   |
| 24,3          | 26,6  | 15,4         | 22,8  | 12,5         | 15,8  | 14,7         | 7,2   |
| 27,2          | 27,4  | 16,9         | 20,4  | 14,0         | 15,7  | 16,9         | 7,5   |
| 30,1          | 28,1  | 18,4         | 19,5  | 14,7         | 16,1  | 18,4         | 7,2   |
| 32,3          | 28,0  | 19,8         | 19,6  | 15,4         | 13,8  | 19,8         | 5,9   |
| 35,3          | 27,8  | 21,3         | 20,2  | 16,9         | 14,2  | 22,8         | 7,6   |
| 38,2          | 25,0  | 22,8         | 19,0  | 17,6         | 14,0  | 23,5         | 6,6   |
| 39,7          | 25,4  | 23,5         | 18,4  | 18,4         | 13,9  | 25,0         | 5,6   |
| 41,1          | 25,4  | 25,0         | 18,2  | 19,8         | 13,0  | 26,4         | 7,1   |
| 42,6          | 21,0  | 26,4         | 1,9   | 20,6         | 10,7  | 27,9         | 6,7   |
| 44,1          | 1,1   | 27,2         | 0,6   | 21,3         | 0,2   | 29,4         | 1,5   |

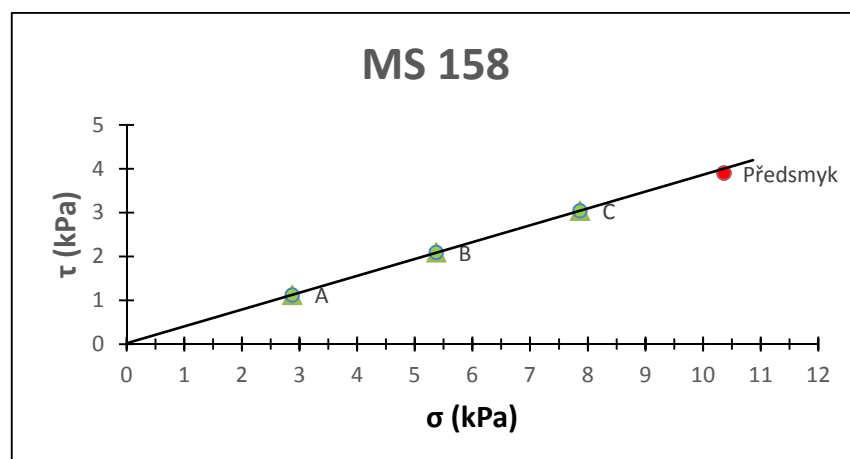


Obr. 23: Smyková zkouška MS 346 se zatížením C, B, A.



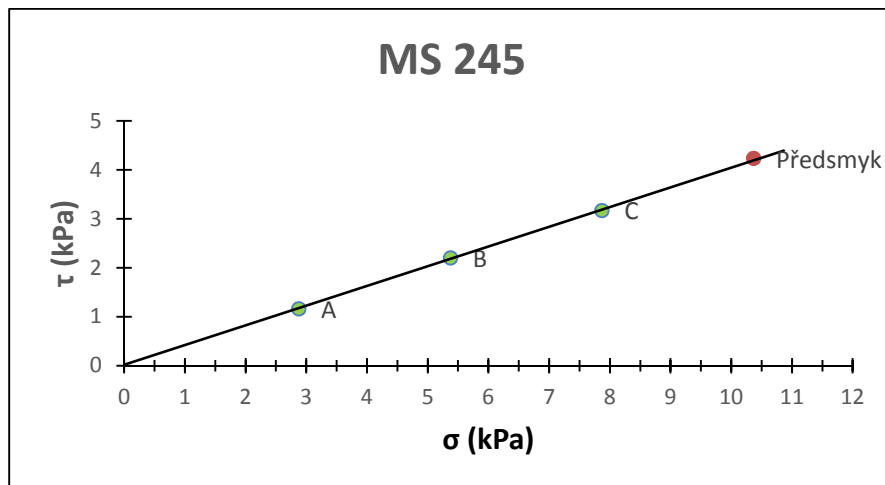
Obr. 24: Mezní křivka kluzu MS 100.

Rovnice regrese:  $\tau = 0,3827\sigma + 0,1321$ ,  $R^2 = 0,9998$ .



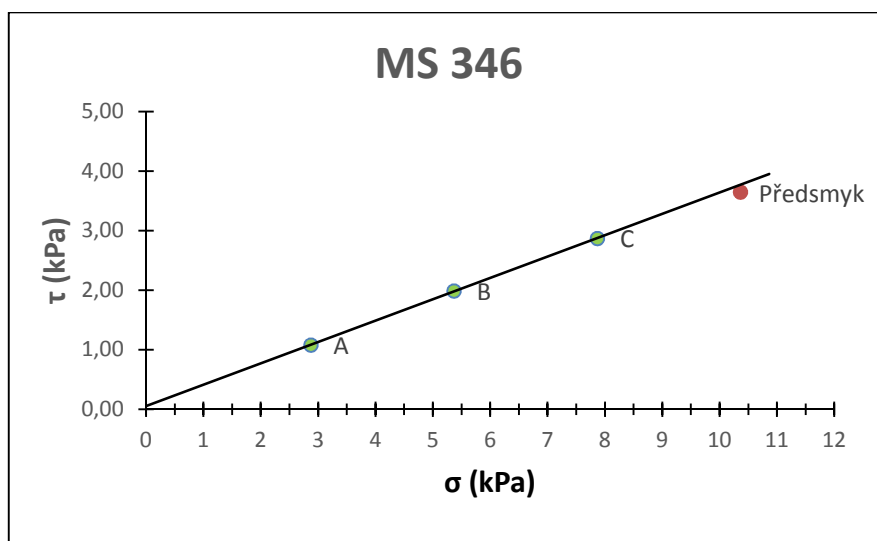
Obr. 25: Mezní křivka kluzu MS 158.

Rovnice regrese:  $\tau = 0,3845\sigma + 0,0187$ ,  $R^2 = 1,0000$ .



Obr. 26: Mezní křivka kluzu MS 245.

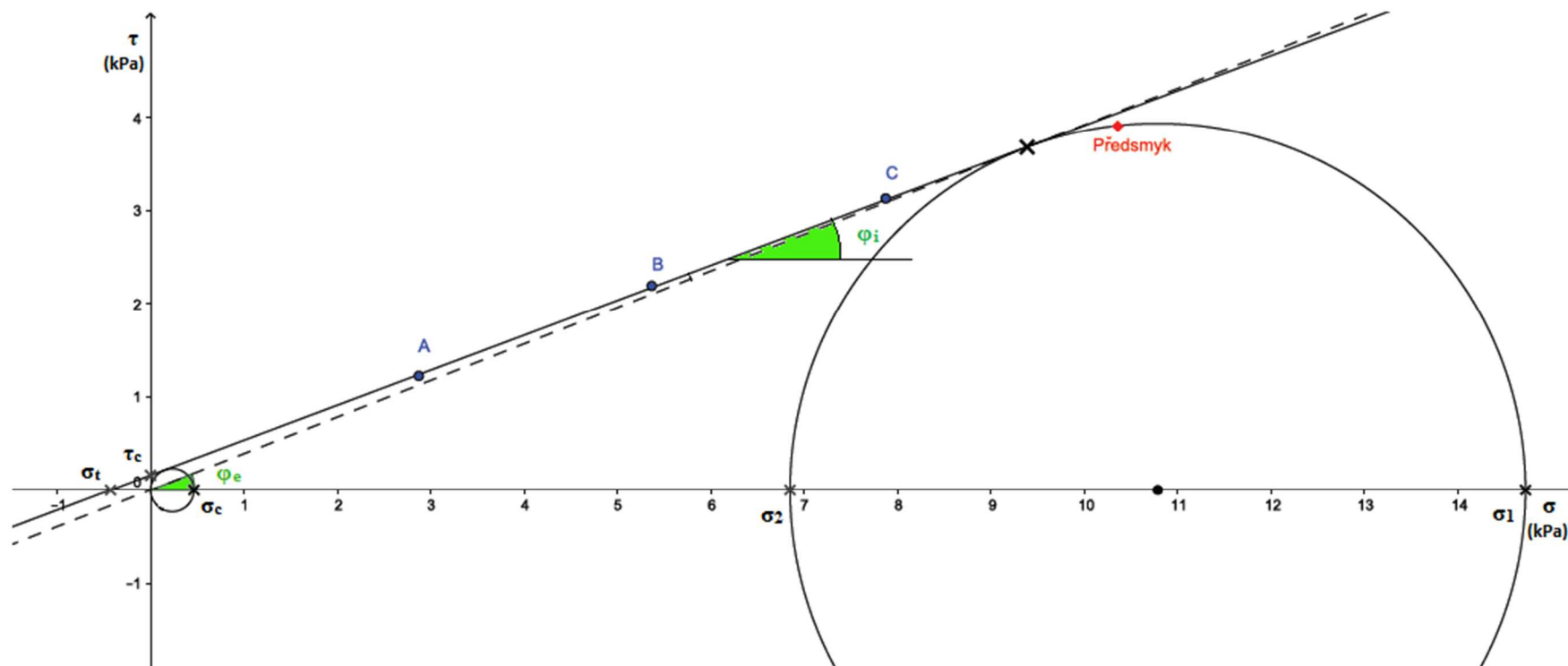
Rovnice regrese:  $\tau = 0,4026\sigma + 0,0153$ ,  $R^2 = 0,9996$ .



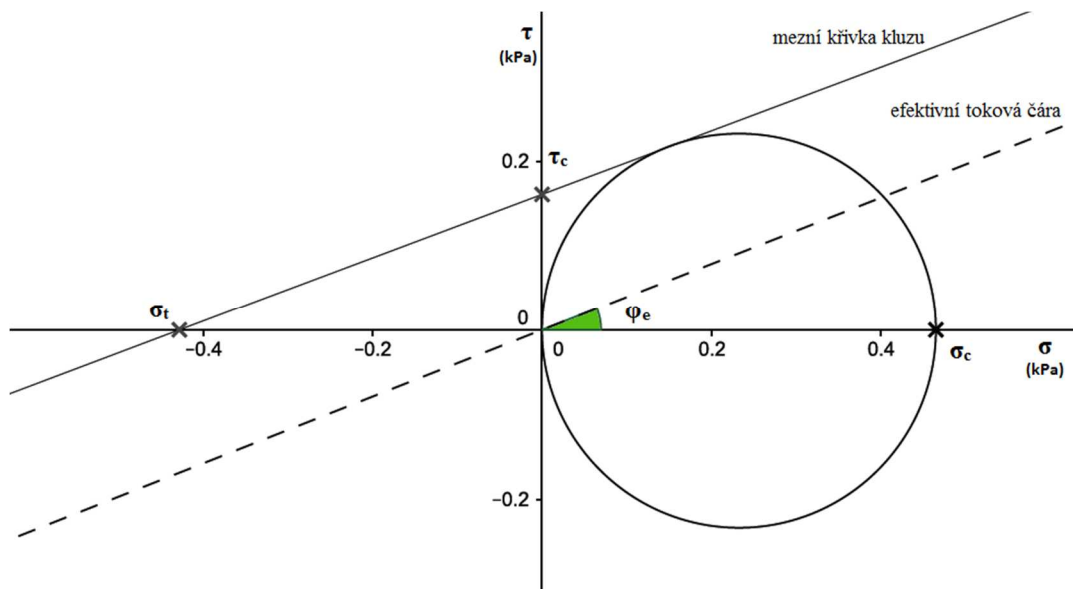
Obr. 27: Mezní křivka kluzu MS 346.

Rovnice regrese:  $\tau = 0,3585\sigma + 0,0552$ ,  $R^2 = 0,9999$ .





Obr. 28: Ilustrace určení charakteristik prášku pomocí Mohrovy kružnice pro vzorek **MS 100** – mezní křivka kluzu YL (yield locus), Mohrovy kružnice, větší hlavní napětí  $\sigma_1$ , menší hlavní napětí  $\sigma_2$ , efektivní toková čára EYL (effective yield locus), úhel vnitřního tření (angle of internal friction)  $\varphi_i$ , efektivní úhel vnitřního tření (effective angle of internal friction)  $\varphi_e$ , tlaková pevnost (unconfined yield locus)  $\sigma_c$ , pevnost v tahu (tensile strength)  $\sigma_t$ , soudržnost (cohesion)  $\tau_c$ .



Obr. 29: Výseč grafu **MS 100** – efektivní úhel vnitřního tření (effective angle of internal friction)  $\varphi_e$ , tlaková pevnost (unconfined yield locus)  $\sigma_c$ , pevnost v tahu (tensile strength)  $\sigma_t$ , soudržnost (cohesion)  $\tau_c$ .

Tab. 21: Charakteristiky velikostní frakcí odečtené z grafů sestrojených v programu GeoGebra.

|               | $\sigma_t$ (kPa) | $\sigma_c$ (kPa) | $\tau_c$ (kPa) | $\varphi_i$ (°) | $\varphi_e$ (°) | $ff_c$ |
|---------------|------------------|------------------|----------------|-----------------|-----------------|--------|
| <b>MS 100</b> | 14,70            | 0,46             | 0,16           | 20,6            | 21,4            | 31,96  |
| <b>MS 158</b> | 14,80            | 0,23             | 0,08           | 20,7            | 21,2            | 64,35  |
| <b>MS 245</b> | 15,20            | 0,20             | 0,03           | 21,2            | 21,4            | 76,00  |
| <b>MS 346</b> | 14,40            | 0,17             | 0,06           | 19,7            | 20,1            | 84,71  |

## 9 Diskuse

Smykové testování je důležité pro zjištění reologických vlastností partikulárních látek. Ve farmaceutické technologii tak můžeme posoudit kvalitu vstupních surovin nebo změny sypných vlastností vlivem vnějších podmínek - vlhkosti, teploty a času. Hodnocení toku sypkých materiálů je zásadní také pro plynulost výroby (doprava materiálů), plnění či vyprazdňování zásobníků a výrobu finálních lékových forem.

V této práci jsem sledovala vliv velikosti částic sorbitolu na jeho smykové chování. Jednotlivé velikostní frakce jsem porovnávala na základě tokových charakteristik, kterými jsou soudržnost (*cohesion*)  $\tau_c$ , větší hlavní napětí  $\sigma_1$ , tlaková pevnost (*unconfined yield strength*)  $\sigma_c$ , úhel vnitřního tření (*angle of internal friction*)  $\varphi_i$ , efektivní úhel vnitřního tření (*effective angle of internal friction*)  $\varphi_e$  a tokové funkce (*flow function*)  $ff_c$ . Srovnání těchto charakteristik je uvedeno v Tab. 21.

### 9.1 Příprava vzorku

Při manipulaci se smykovým přístrojem je nutné dbát opatrnosti a pracovat pečlivě. Cela se plní postupně, rovnoměrně, za průběžné konsolidace prášku. Konsolidace se dokončí zatížením vzorku a twistováním. Poté je třeba odstranit přebytek materiálu a připravit smykovou rovinu. Odstranění formovacího kroužku se musí provádět opatrně, aby na povrchu materiálu ve smykovém kroužku nevznikly nerovnosti, které by zasahovaly pod okraj smykového kroužku.

Průběh smykové zkoušky ovlivňuje také délka dráhy, na které bude probíhat smyk. V Jenikeho smykovém přístroji je dráha konstantní a v našem případě, byla dlouhá 6 mm. Délka dráhy je dána součtem tloušťky stěn smykové misky a smykového kroužku. Smykový kroužek se pohybuje po smykové dráze z počáteční excentrické polohy na misce do opačné excentrické polohy.

## 9.2 Optimalizace konsolidace

Cílem optimalizace postupu konsolidace je najít správnou konsolidační zátěž, odpovídající počet twistů, zvolit přiměřenou rychlost posunu tak, aby byl vzorek látky tzv. kriticky konsolidován. Rychlost posuvu byla po celou dobu měření konstantní: 4 mm/min.

Při měření by se neměl hodnotit ani podkonsolidovaný ani naopak překonsolidovaný materiál, jehož vlastnosti jsou jiné. Průběh konsolidace se hodnotí z grafického záznamu závislosti síly (N) na čase (s), jak ilustruje Obr. 13. V tabulce 9 jsou sumarizovány kombinace jednotlivých vlivů testovaných pro vzorky 1-5, výsledky optimalizace jsou uvedeny v Tab. 10.

Na základě výsledků a vyhodnocení experimentálně naměřených hodnot jsem dospěla k závěru, že nejvhodnější konsolidační zátěž představuje závaží D (= zátěž 10,1 kPa) v kombinaci s 20 twisty. Použité závaží neodpovídá výběru prvního konsolidačního zatížení podle hustoty prášku,<sup>17</sup> jak uvádí Tab. 4. Hustota velikostních frakcí sorbitolu 100 – 346  $\mu\text{m}$  se pohybuje v rozmezí 587,6 - 725,7  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ . Pro získání kriticky konsolidovaného sorbitolu a jeho frakcí však bylo nutné zvolit zátěž vyšší a tato zátěž (10,1 kPa) byla poté používána v průběhu všech smykových testů.

## 9.3 Smyková zkouška

Smyková zkouška se skládá z předsmyku a vlastního smyku.

Po zapnutí posunu jsem snímací hrot nechala působit do dosažení **předsmyku**  $P$  vzorku (viz Obr. 4). Smykové napětí  $\tau$  zde dosáhne maxima a dále se nemění, tok materiálu je ustálený.<sup>23</sup> Takto získáme první bod do grafu závislosti  $\sigma - \tau$  postupem popsaným v části 6.3.1.3. Předsmyku bylo obvykle dosaženo na dráze přibližně 3 mm. V tom okamžiku se posun zastaví a na dosmyk po celé dráze se použije nižší zátěž. Po zvážení vzorku a přeplnění cely jsem postup opakovala vždy s nižšími závažími. Tímto způsobem jsem postupovala u Merisorbu frakce 100 a 158.

Vzhledem k časové náročnosti a vysoké spotřebě materiálu, jsem využila zjednodušení průběhu testu. Při něm jsem postupovala tak, že jsem celu naplnila,

materiál konsolidovala a provedla předsmyk. Vyměnila jsem závaží na nižší a provedla smyk do dosažení ustáleného toku. Poté jsem opět závaží vyměnila za nižší a takto jsem postupovala až do dosažení konce smykové dráhy. Tak jsem při naplnění jednoho vzorku ve smykové cele získala více smykových bodů. Tento postup byl při měření již dříve úspěšně využit<sup>25</sup>, ovšem není vhodný pro koherující materiály. Zjednodušený průběh testu nelze tedy obecně doporučit, ale pro sorbitol vzhledem k jeho vlastnostem je použitelný.

Výsledky jsou ilustrovány v Tab. 11 – 18 a na Obr. 14 - 21. Naměřené výsledky vykazovaly stejnou proměnlivost jako při standardním doporučeném postupu, kdy byla smyková cela pro každé měření znovu naplněna novým vzorkem. Mezi výsledky standardního postupu a zjednodušeného postupu nebyl pozorován rozdíl. U frakcí Merisorbu 245 a 346 jsem postupovala již pouze tímto způsobem.

U jednotlivých frakcí sorbitolu jsem měření, tj. předsmyk a smyk se zátěží C, B, A, opakovala celkem osmkrát. Ilustrativní výsledky jsou uvedeny na Obr. 22 – 23 a shrnuty v Tab. 19 - 20. V tabulkách jsou uvedeny hodnoty, které byly získané do ustáleného stavu a jsou relevantní pro konstrukci grafů a určení sypaných charakteristik frakcí sorbitolu.

Z experimentálních hodnot získaných při smykovém testu lze sestavit graf závislosti mezi silou ( $N$ ) a časem ( $s$ ). Z grafu průběhu předkonsolidace se určí hodnota předsmyku  $P$  a pro jednotlivá měření, jak bylo výše popsáno, také hodnoty smykových bodů  $S$ . Body smyku  $S$  získáme z maxima na křivce, jež zobrazuje sílu, při které dojde ke smyku, tj. posunu materiálu v rovině smyku (viz Obr. 14 – 23). Při snižování normálového napětí se potřebná síla snižuje.

#### **9.4 Určení sypaných charakteristik vzorků**

Hodnoty zátěže pro vzorek je nutné převést na normálové napětí  $\sigma$  (Pa) v souladu s rovnicí (6). Aktuální hodnoty se určí podle průběhu experimentu z dílčích hmotností částí přístroje a hmotnosti vzorku ve smykovém kroužku  $m_S$  (viz Tab. 7 a 8). Hmotnost vzorku ve smykovém kroužku  $m_S$  kolísala jen v malém

rozmezí a průměrná hmotnost  $68,7 \text{ g} \pm 0,9 \text{ g}$  výslednou hodnotu normálového napětí neovlivnila vzhledem k finálnímu použití hodnoty  $\sigma$  v kPa.

Hodnoty smykové síly  $F_s$  (N) je třeba přepočítat na smykové napětí  $\tau$  (Pa) podle vztahu (7). Získané body předsmyku  $P$  (*preshear*) a tři smykové body S pro zatížení závaží C, B, A se využijí pro konstrukci závislosti  $\sigma$ - $\tau$  (viz Obr. 24 – 29). Vyhodnocování probíhalo v programu GeoGebra podle postupu popsaného v kapitole 6.3.1.3. Mezní křivka kluzu (*yield locus*,  $YL$ ), Mohrovy kružnice a charakteristiky tokových funkcí, které lze z grafu  $\sigma$ - $\tau$  odečíst, jsou ilustrovány na Obr. 28 a 29 pro MS 100. Ostatní frakce (MS 158, MS 245, MS 346) byly vyhodnoceny analogicky.

Po získání platných bodů pro konstrukci mezní křivky kluzu (*yield locus*,  $YL$ ), je nutné zkonstruovat Mohrovy kružnice, které dovolují odečet charakteristik materiálu. Závislost je obvykle přímková. Z rovnice přímky (*yield locus*,  $YL$ ) je možné přímo určit kohezi  $\tau_c$  jako úsek na ose  $\tau$ . Koheze  $\tau_c$  je dána protnutím přímky  $YL$  s osou  $\tau$ .<sup>23</sup> Zjistěné hodnoty koheze  $\tau_c$  0,03 – 0,16 kPa pro Merisorb ukazují, že materiál nevykazuje soudržnost.

Z grafické závislosti  $\sigma$ - $\tau$  jsem dále odečetla úhel vnitřního tření (*angle of internal friction*)  $\phi_i$ , tj. úhel, který svírá mezní křivka kluzu  $YL$  s osou normálového napětí  $\sigma$ . Tento úhel charakterizuje sypné chování látek.<sup>20</sup>

Z první Mohrovy kružnice zhotovené tak, že prochází bodem předsmyku  $P$  a je tečná k mezní křivce kluzu ( $YL$ ), jsem zjistila hodnotu většího hlavního normálového napětí  $\sigma_1$  a menšího hlavního normálového napětí  $\sigma_2$ . Sestrojením druhé Mohrovy kružnice, která vychází z počátku a též se dotýká mezní křivky kluzu ( $YL$ ), jsem odečetla hodnotu tlakové pevnosti (*unconfined yield strength*)  $\sigma_c$ . Z poměru  $\sigma_1/\sigma_c$  získáme hodnotu tokové funkce (*flow function*)  $ff_c$ . Na základě této hodnoty je možné charakterizovat sypné vlastnosti látek; jedná-li se o látku volně tekoucí, soudržnou nebo netekoucí (viz Obr. 7).<sup>23</sup>

Efektivní úhel vnitřního tření  $\phi_e$  (*effective angle of internal friction*) je úhel, který svírá efektivní toková čára (*effective yield locus*,  $EYL$ ) s osou  $\sigma$ . Efektivní toková čára (*effective yield locus*,  $EYL$ ) je přímka vedoucí z počátku diagramu, tečná k větší

Mohrově kružnici. Efektivní úhel vnitřního tření  $\varphi_e$  se považuje za ukazatel míry vnitřního tření.<sup>20</sup>

Přehled smykových charakteristik pro studované frakce sorbitolu je shrnut v závěrečné tabulce Tab. 21.

Výsledné hodnoty frakcí sorbitolu v rozmezí 100 – 346  $\mu\text{m}$  převyšují hodnotu tokové funkce  $ff_c$  10, a proto lze měřené frakce sorbitolu považovat za látky volně tekoucí. Z výsledků v Tab. 21 je zřejmá závislost hodnot tokové funkce  $ff_c$  na velikosti frakce. Se zvětšující se velikostí částic se hodnota tokové funkce  $ff_c$  zvyšovala a jeho sypání se tak zlepšuje. To koreluje s výsledky Hou & Sun, kteří pro charakterizaci využili kruhový smykový přístroj.<sup>26</sup>

Zjištěné hodnoty, charakterizující vlastnosti velikostních frakcí sorbitolu, potvrzují jeho význam jako volně sypné látky využívané ve farmaceutické technologii. Jeho sypnost není při manipulaci potřeba modifikovat pomocí kluzných látek. Přídavek lubrikantu, např. stearanu hořečnatého, tak ovlivňuje především proces lisování (minimalizace adheze na trny lisovacích razidel).

## 10 Závěry

Z výsledků této experimentální rigorózní práce je možné formulovat následující závěry:

1. Pro konsolidaci sorbitolu a jeho frakcí pro smykový test v Jenikeho smykovém přístroji je vhodné závaží o hmotnosti odpovídající zátěži 10,1 kPa v kombinaci s 20 twisty.
2. Zjednodušený průběh testu, kdy se zátěž vzorku snižuje bez opakované konsolidace je pro sorbitol vzhledem k jeho vlastnostem použitelná. Mezi výsledky standardního postupu a zjednodušeného postupu nebyl pozorován rozdíl.
3. Nízké hodnoty koheze  $\tau_c$  v rozsahu 0,03 – 0,16 kPa ukazují, že sorbitol je nekoherující, volně sypná látka.
4. Studované velikostní frakce sorbitolu v rozsahu 100 - 346  $\mu\text{m}$  dosahují hodnoty tokové funkce  $ff_c$  vyšší než 10 a lze je označit za volně tekoucí (*free-flowable*) materiál.
5. Byla zjištěna závislost hodnot tokové funkce  $ff_c$  na středním rozměru frakcí sorbitolu 100, 158, 245 a 346  $\mu\text{m}$ . Se zvětšující se velikostí částic se hodnota tokové funkce  $ff_c$  zvyšuje.



## 11 Použitá literatura

---

- <sup>1</sup> DANISH, F. Q., PARROTT, E. L.: Flow rates of solid particulate pharmaceuticals. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 1971, 60 (4), s. 548 – 554.
- <sup>2</sup> CHALABALA, M.: *Technologie léků*. 2. Vydání, 2001, Galén, Praha, 408 s., ISBN 80-726-2128-9.
- <sup>3</sup> GUERIN, E., TCHORELOFF, P., LECLERC, B., TANGUY, D., DELEUIL, M., COUARRAZE, G.: Rheological characterization of pharmaceutical powders using tap testing, shear cell and mercury porosimeter. *International Journal of Pharmaceutics*, 1999, 189 (1), s. 91 – 103.
- <sup>4</sup> ONDREJČEK, P., ŘEHULA, M., SVAČINOVÁ, P., STONIŠ, J., RABIŠKOVÁ, M.: Vliv nové kluzné látky syloidu na lisování tablet léčivých přípravků. *Chemické listy*, 2014, 108, s. 687 – 693.
- <sup>5</sup> MINISTERSTVO ZDRAVOTNICTVÍ ČR: *Český lékopis 2009, 2010*, Grada, Praha, 3968 s., CD-ROM, ISBN 978-80-247-2994-7.
- <sup>6</sup> MACURA, J.: *Sypnost práškových látek I*. Diplomová práce. 2006. Univerzita Karlova, Farmaceutická fakulta, Hradec Králové, 48 s.
- <sup>7</sup> Podklady k výuce na VŠCHT, k 10.3.2015,  
<http://old.vscht.cz/kot/resources/studijni-materialy/ifv-p-000/prezentace.pdf>
- <sup>8</sup> SHAH, R. B., TAWAKKUL, M. A., KHAN, M. A.: Comparative Evaluation of flow for pharmaceutical powders and granules. *AAPS PharmSciTech*, 2008, 9 (1), s. 250 – 258.
- <sup>9</sup> ALEXANDER, A. W., CHAUDHURI, B., FAQIH, A., MUZZIO, F. J., DAVIES, C., TOMASSONE, M. S.: Avalanching flow of cohesive powders. *Powder Technology*, 2006, 164, s. 13 – 21.
- <sup>10</sup> FAQIH, A., CHAUDHURI, B., ALEXANDER, A. W., DAVIES, C., MUZZIO, F. J., TOMASSONE, M. S.: An experimental/computational approach for examining unconfined cohesive powder flow. *International Journal of Pharmaceutics*, 2006, 324, s. 116 – 127.

- 
- <sup>11</sup> NALLURI, V. R., KUENTZ, M.: Flowability characterisation of drug–excipient blends using a novel powder avalanching method. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 2010, 74, s. 388 – 396.
- <sup>12</sup> HANCOCK, B. C., VUKOVINSKY, K. E., BROLLEY, B., GRIMSEY, I., HEDDENC, D., OLSOFSKY, A., DOHERTY, R. A.: Development of a robust procedure for assessing powder flow using a commercial avalanche testing instrument. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 2004, 35, s. 979 – 990.
- <sup>13</sup> ZATLOUKAL, Z., ŠKLUBALOVÁ, Z.: Penetrometry and estimation of the flow rate of powder excipients. *Die Pharmazie*, 2007, 62 (3), s. 185-189.
- <sup>14</sup> ZATLOUKAL, Z., ŠKLUBALOVÁ, Z.: Indentation test for free-flowable powder excipients. *Pharmaceutical Development and Technology*, 2008, 13, s. 85–92.
- <sup>15</sup> ZATLOUKAL, Z., ŠKLUBALOVÁ, Z.: Drained angle of free flowable powders. *Particul. Sci. Technol.*, 2008, 26 (6), s. 595-607.
- <sup>16</sup> FREEMAN, R.: Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders — A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell. *Powder Technology*, 2007, 174, s. 25–33.
- <sup>17</sup> *Standard smykové zkoušky partikulárních hmot pomocí Jenikeho smykového stroje*. 2006, VŠB-TU Ostrava, Ostrava – Poruba, 43 s., ISBN 80-248-1051-4.
- <sup>18</sup> Schwedes, J.: Review on testers for measuring flow properties of bulk solids. *Granular Matter*, 2003, 5, s. 1 – 43.
- <sup>19</sup> NOVOSAD, J.: *Mechanika sypkých hmot*. 1983, Institut pro výchovu vedoucích pracovníků ministerstva průmyslu ČSR, Praha, 93 s., 531(075.8):378.666.
- <sup>20</sup> SCHULZE, D.: *Flow Properties of Powders and Bulk Solids*. k 19.4.2015. <http://dietmar-schulze.de/grdle1.pdf>
- <sup>21</sup> ÇAGLI, A. S., DEVECİ, B. N., OKUTAN, C. H., SIRKECI, A. A., TEOMAN, E.Y.: Flow property measurement using the Jenike shear cell for 7 different bulk solids. *Proceedings of European Congress of Chemical Engineering (ECCE-6)*, 2007, 13 s.

- 
- <sup>22</sup> ZUBEK, P.: *Sypné vlastnosti jemných práškovitých materiálů*. Diplomová práce. 2012. Vysoké učení technické v Brně, 88 s.
- <sup>23</sup> SCHULZE, D.: *Powders and Bulk Solids - Behavior, Characterization, Storage and Flow*. 2008, Springer Berlin Heidelberg New York, 519 s., ISBN 978-3-540-73768-1.
- <sup>24</sup> USDidactic, k 11.6.2015. <http://www.usdidactic.com/html/p4839.htm#>
- <sup>25</sup> SLANINA, O.: *Sypné vlastnosti jemný partikulárních materiálů jako funkce vybraných látkových parametrů*. Diplomová práce. 2014. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Brno, 114 s.
- <sup>26</sup> HOU, H., SUN, CH. C.: Quantifying Effects of Particulate Properties on Powder Flow Properties Using a Ring Shear Tester. *Journal of pharmaceutical science*, 2008, 97 (9), s. 4030 – 4039.